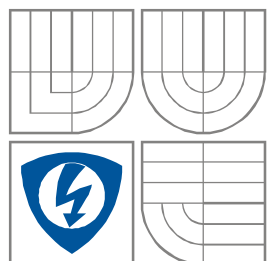


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ  
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A  
KOMUNIKAČNÍCH  
TECHNOLOGIÍ

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND  
COMMUNICATION

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC  
TECHNOLOGY

# IONIZAČNÍ DETEKTOR PRO ENVIRONMENTÁLNÍ RASTROVACÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP

IONIZATION DETECTOR FOR ENVIRONMENTAL SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE  
BACHELOR'S THESIS

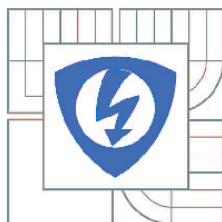
AUTOR PRÁCE  
AUTHOR

Ondřej Melechovský

VEDOUCÍ PRÁCE  
SUPERVISOR

doc. Ing. Josef Jiráček, CSc.

BRNO 2014



VYSOKÉ UČENÍ  
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky  
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

# Bakalářská práce

bakalářský studijní obor  
**Mikroelektronika a technologie**

**Student:** Ondřej Melechovský  
**Ročník:** 3

**ID:** 146902  
**Akademický rok:** 2013/2014

## NÁZEV TÉMATU:

**Ionizační detektor pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop**

## POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou environmentální rastrovací elektronové mikroskopie a detekce signálních elektronů při vyšším tlaku v komoře vzorku pomocí ionizačního detektoru. Experimentálně stanovte závislost velikosti signálu detekovaného ionizačním detektorem na velikosti plochy detekční elektrody elektrodového systému detektoru a na pracovních podmínkách při pozorování standardního vzorku. Měření uskutečňte pro prostředí vodních par v komoře vzorku. Výsledky experimentu vyhodnoťte.

## DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího bakalářské práce.

**Termín zadání:** 10.2.2014

**Termín odevzdání:** 5.6.2014

**Vedoucí práce:** doc. Ing. Josef Jiráček, CSc.

**Konzultanti bakalářské práce:**

**doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D.**

*Předseda oborové rady*

## UPOZORNĚNÍ:

Autor bakalářské práce nesmí při vytváření bakalářské práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

## **ABSTRAKT**

Předkládaná práce se zabývá environmentální rastrovací elektronovou mikroskopií. Na začátek je stručně popsána stavba přístroje. Důležitá část práce je věnována interakcím elektronů se vzorkem a signálům vystupujícím ze vzorku. Zejména se práce soustředí na detekci sekundárních elektronů pomocí ionizačního detektoru. Experimentálně je v práci určen vliv pracovních podmínek a velikosti elektrodového systému ionizačního detektoru na velikost detekovaného signálu.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

Environmentální rastrovací elektronový mikroskop, zpětně odražené elektrony, sekundární elektrony, ionizační detektor, velikost elektrodového systému, úroveň signálu

## **ABSTRACT**

Presented work deals with environmental scanning electron microscopy. The construction of the device is described concisely in the beginning. Important part is devoted to interaction of electrons with specimen and signals emitted from the specimen. The work aims especially at detection of secondary electrons using the ionization detector. Experimentally is determined effect of working environment and size of electrode system of ionization detector on detected signal.

## **KEYWORDS**

Environmental scanning microscope, backscattered electrons, secondary electrons, ionization detector, size of electrode system, signal level

## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

MELECHOVSKÝ, O. *Ionizační detektor pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Ústav elektrotechnologie, 2014. 35 s. Bakalářská práce. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Josef Jiráček, CSc..

# Prohlášení

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci na téma „**Ionizační detektor pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop**“ jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této bakalářské práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne 30. 5. 2014

.....  
podpis autora

## PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu bakalářské práce doc. Ing. Josefu Jirákovi, CSc. za trpělivost, účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé bakalářské práce.

V Brně dne .....

.....  
(podpis autora)

# OBSAH

<b>Seznam obrázků</b>	<b>viii</b>
<b>Seznam tabulek</b>	<b>x</b>
<b>Úvod</b>	<b>xi</b>
<b>1 Stavba ESEM</b>	<b>1</b>
1.1 Zdroj elektronů .....	2
1.1.1 Termoemisní zdroje .....	2
1.1.2 Autoemisní zdroj .....	2
1.2 Optika elektronového mikroskopu .....	3
1.2.1 Vady čoček .....	5
1.3 Vakuový systém ESEM .....	7
<b>2 Interakce v prostředí ESEM a jejich produkty</b>	<b>8</b>
2.1 Interakce s plynem v komoře vzorku .....	8
2.2 Mechanizmy interakce elektronů se vzorkem .....	9
2.2.1 Pružný rozptyl .....	9
2.2.2 Nepružný rozptyl .....	10
2.3 Zpětně odražené elektrony .....	11
2.4 Sekundární elektrony .....	14
<b>3 Způsoby detekce</b>	<b>16</b>
3.1 Everhart-Thornleyho detektor .....	16
3.2 Ionizační detektor .....	18
<b>4 Experimentální část</b>	<b>22</b>
4.1 Metoda měření .....	22
4.1.1 Elektroodový systém .....	22
4.1.2 Standardní vzorek .....	24
4.1.3 Nastavení mikroskopu .....	24
4.1.4 Způsob určení velikosti signálu ze vzorku .....	25
4.2 Závislosti velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektroodového systému I až IV .....	28

4.2.1	Závislost velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektrod I.....	28
4.2.2	Závislost velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektrod II.....	29
4.2.3	Závislost velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektrod III .....	30
4.2.4	Závislost velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektrod IV .....	31
4.3	Závislost rozdílu signálu z Pt a Cu na zapojení detekčních elektrod.....	32
4.3.1	Závislost rozdílu signálu z Pt a Cu pro pracovní vzdálenost 4 mm....	32
4.3.2	Závislost rozdílu signálu z Pt a Cu pro pracovní vzdálenost 3 mm....	33
4.4	Vyhodnocení provedených experimentů .....	34
<b>5</b>	<b>Závěr</b>	<b>xi</b>
	<b>Literatura</b>	<b>xii</b>
	<b>Seznam symbolů, veličin a zkratk</b>	<b>xiii</b>

# SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1-1 Řez ESEM ; převzato z [3].....	1
Obr. 1-2 Závislost mezi proudem a dosažitelným .....	3
Obr. 1-3 Chod paprsku v tříčočkové zmenšující soustavě, OAC2-obraz aperturní clony ; převzato z [5] .....	4
Obr. 1-4 Závislost průměru stopy primárního svazku elektronů na aperturním úhlu $\alpha_p$ pro proudy elektronového svazku $I_p = 10^{-10}$ , $10^{-11}$ a $10^{-12}$ A, převzato z [5] .	6
Obr. 1-5 Zjednodušené schéma vakuové soustavy ESEM: .....	7
Obr. 2-1 Celkový zachytný průřez plynu v závislosti na energii elektronu pro některé: a) atomární b) molekulární plyny, převzato z [2] .....	8
Obr. 2-2 Histogram laterálního rozložení elektronů primárního svazku o nekonečně malém průměru po průchodu vrstvou Ar o tloušťce 1.4 mm. Nerozptýleno zůstává 36.8 % elektronů, převzato z [2] .....	9
Obr. 2-3 Zakřivení dráhy elektronu v poli jádra, převzato z [1].....	9
Obr. 2-4 Závislost rozptylového úhlu na náměrné vzdálenosti, převato z [1].....	10
Obr. 2-5 Velikost excitovaného objemu pro některé signály, převzato z [6] .....	11
Obr. 2-6 Energiové rozložení signálních elektronů, převzato z [6].....	11
Obr. 2-7 Růst koeficientu emise zpětně odražených elektronů $\eta$ při energii primárních elektronů 25,2 keV v závislosti na protonovém čísle $Z$ pro různé úhly dopadu $\phi$ ( $\phi=0$ je kolmý dopad), převzato z [5].....	12
Obr. 2-8 Koeficient zpětného odrazu jako funkce energie primárních elektronů, převzato z [5] .....	13
Obr. 2-9 Polární diagram $d\eta/d\Omega$ pro úhel dopadu $0^\circ$ , převzato z [5] .....	13
Obr. 2-10 Příspěvky SE1, SE2 a SE3 k signálu sekundárních elektronů, převzato z [5].....	14
Obr. 2-11 Pokles koeficientu emise sekundárních elektronů s rostoucí energií primárních elektronů pro měď a rozdílné úhly dopadu primárních elektronů, převzato z [5] .....	15
Obr. 2-12 Závislost $\delta(\phi)/\delta(0)$ na úhlu dopadu pro a) Be b) Cu c) U, převzato z [5] ...	15
Obr. 3-1 Schématické znázornění Everhart-Thornleyho detektoru v uspořádání pro detekci sekundárních elektronů, převzato z [6] .....	16
Obr. 3-2 Paschenovy křivky pro vybrané plyny, převzato z [7].....	17
Obr. 3-3 Závislost proudové hustoty v plynu na intenzitě elektrického pole, převzato z [8] .....	18
Obr. 3-4 Principiální schéma ionizačního detektoru, převzato z [2] .....	18
Obr. 3-5 Vypočítané závislosti zesílení na tlaku pro vzdálenosti 1,2 a 3 mm pro vzorek zlata v prostředí vodních par, převzato z [2].....	19
Obr. 3-6 Vypočtené závislosti zesílení na tlaku pro plynné prostředí vzduchu a vodních par pro vzorek zlata a pracovní vzdálenost $d=2\text{mm}$ , převzato z [2] .....	19
Obr. 3-7 Příspěvky SE,BSE a PE k celkovému zesílení v závislosti na tlaku, převzato z [2] .....	20
Obr. 3-8 Schematické uspořádání děleného elektrodového systému, převzato z [2] .....	20
Obr. 3-9 Ionizační účinnost $S_e$ jako funkce energie elektronu $E$ pro různé plyny.....	21



Obr. 3-10 Elektroodový systém ionizačního detektoru se sníženým příspěvkem detekce BSE převzato z [2] .....	21
Obr. 4-1 Elektroodový systém ionizačního detektoru .....	22
Obr. 4-2 Výkres elektroodového systému ionizačního detektoru, děleného na segmenty A,B,C,D. Převzato z [10] .....	23
Obr. 4-3 Snímek standardního vzorku .....	24
Obr. 4-4 Snímek standardního vzorku, zvětšení 650 x, tlak vodních par 300 Pa, pracovní vzdálenost 4 mm, zapojení elektrod ionizačního detektoru III. ....	25
Obr. 4-5 Snímek standardního vzorku se způsobem vyhodnocení střední hodnoty úrovně šedi pomocí programu Adobe Photoshop z definované oblasti na fólii mědi pomocí masky. Zvětšení 650 x, tlak vodních par 300 Pa, pracovní vzdálenost 4 mm, zapojení elektrod ionizačního detektoru III. ....	25
Obr. 4-6 Snímek standardního vzorku se způsobem vyhodnocení střední hodnoty úrovně šedi pomocí programu Adobe Photoshop z definované oblasti v otvoru v uhlíku pomocí masky. Zvětšení 650 x, tlak vodních par 300 Pa, pracovní vzdálenost 4 mm, zapojení elektrod ionizačního detektoru III. ....	26
Obr. 4-7 Snímek standardního vzorku se způsobem vyhodnocení střední hodnoty úrovně šedi pomocí programu Adobe Photoshop z definované oblasti na fólii platiny pomocí masky. Zvětšení 650 x, tlak vodních par 300 Pa, pracovní vzdálenost 4 mm, zapojení elektrod ionizačního detektoru III. ....	26
Obr. 4-8 Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod I. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 a 4 mm, pro Pt a Cu. ....	28
Obr. 4-9 Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod II. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 a 4 mm, pro Pt a Cu. ....	29
Obr. 4-10 Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod III. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 a 4 mm, pro Pt a Cu. ....	30
Obr. 4-11 Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod IV. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 a 4 mm, pro Pt a Cu. ....	31
Obr. 4-12 Závislost rozdílu signálu ionizačního detektoru z Pt a Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod I-IV. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 4 mm. ....	32
Obr. 4-13 Závislost rozdílu signálu ionizačního detektoru z Pt a Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod I-IV. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 mm. ....	33
Obr. 4-14 Srovnání závislostí velikosti signálu ionizačního detektoru pro zapojení I, II, III, IV na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa pro Pt, pracovní vzdálenost 4 mm, napětí na detektoru 350 V. ....	35
Obr. 4-15 Srovnání závislostí velikosti signálu ionizačního detektoru pro zapojení I, II, III, IV na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa pro Cu, pracovní vzdálenost 4 mm, napětí na detektoru 350 V. ....	35

# SEZNAM TABULEK

Tab. 1-1 Porovnání parametrů zdrojů elektronů .....	2
-----------------------------------------------------	---

# ÚVOD

Elektronová mikroskopie vyjma speciálních metod je dnes díky svým skvělým parametrům nejdokonalejší a nejpoužívanější způsob pozorování povrchů materiálů s rozlišením řádově nanometrů. Mezi dva základní a nejznámější typy elektronových mikroskopů patří elektronový rastrovací mikroskop (dále SEM) a transmisní elektronový mikroskop (dále TEM). TEM má sice o řád vyšší rozlišení pod 0,1nm a umožňuje tak pozorovat vzorek na atomární úrovni, avšak příprava vzorku je velmi náročná. Pramení to z principu mikroskopu, kde svazek primárních elektronů musí projít vzorkem a následně je zaznamenán. Nároky na tloušťku vzorku jsou řádově desítky nanometrů. Oproti tomu SEM je zařízení, které využívá svazku elektronů, který je formován a upravován pomocí elektrostatických či magnetických čoček. Rastrovací cívky ho následně přenášejí bod po bodu po celém povrchu vzorku. Pro detekci se využívají produkty interakcí primárního svazku s povrchem. Produkty interakce primárního svazku a vzorku na rozdíl od TEM unikají z povrchu vzorku ze strany dopadu primárních elektronů. Těmito detekovanými produkty jsou zpětně odražené elektrony, sekundární elektrony a ve speciálních případech se využívají Augerovy elektrony, charakteristické rentgenové záření a fotony.

Environmentální elektronový mikroskop (dále ESEM) je přístroj, který vznikl zdokonalením klasického SEM. Počátky SEM zasahují ještě do předválečného období, konkrétně do roku 1938. Objevení rastrovacího principu se připisuje německému fyziku M. von Ardenne, který jej však použil pouze pro transmisní mikroskopii tenkých vrstev. V roce 1942 použil rastrovací princip již pro detekci sekundárních elektronů Vladimír Zworykin, ten také vynalezl fotonásobič a se spolupracovníky dosáhli na tu dobu výtečného rozlišení 50 nm. Další milník ve vývoji SEM vytvořil v roce 1956 Smith nahrazením elektrostatických čoček elektromagnetickými a zavedením systému dvojitého vychylování. V roce 1960 pánové Everhart a Thornley zdokonalili detektor sekundárních elektronů s použitím světlovodu, detektor tak nese jejich jména – Everhart-Thornleyho detektor. [1]

V 70. letech se hledaly způsoby, jak zamezit nabíjení nevodivých vzorků a vysušování biologických vzorků při klasickém SEM. Zvrat přichází v 80. letech díky pracím Danilatoše a Robinsona, kteří teoreticky popsali vlastnosti ESEM při vyšších tlacích a tzv. komoru diferenciálního čerpání. [2]

Ta umožnila účinně oddělit komoru vzorku s několikanásobně větším pracovním tlakem od tubusu mikroskopu. Vodní páry v komoře vzorku tedy umožnily pozorovat do té doby problematicky pozorovatelné vzorky. Ještě předtím se ale musela objevit zcela nová technická řešení pro detekci signálních elektronů, např. ionizační detektor.

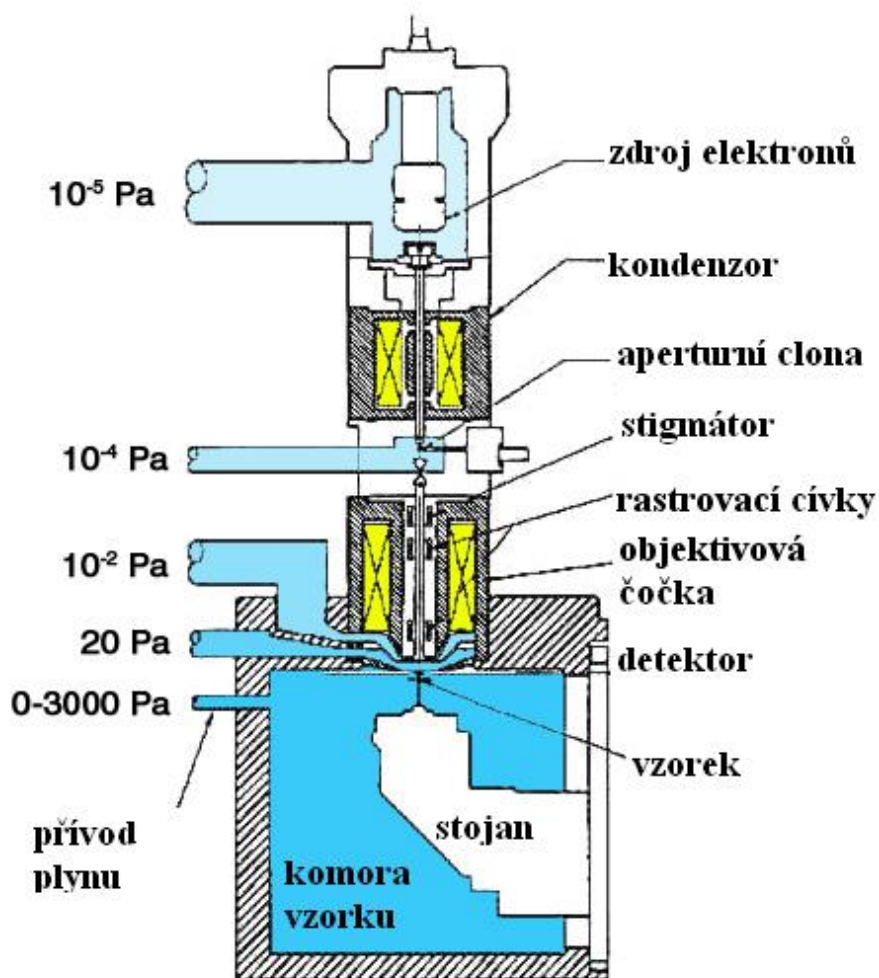
V následující práci bude přiblížena stavba ESEM, interakce v prostředí vodních par a způsoby detekce signálních elektronů. Experimentální část bude zaměřena na vliv pracovních podmínek na velikost detekovaného signálu ionizačním detektorem.

# 1 STAVBA ESEM

Jak již bylo řečeno v úvodu ESEM je zařízení, které vzniklo z klasického SEM a umožňuje pozorovat biologické a nepokovené vzorky. U klasického SEM docházelo k vysušování biologických vzorků a nabíjení nevodivých vzorků, ty se musely pokovovat. Vylepšení spočívá hlavně v zavedení komory diferenciálního čerpání a plynu (např. vodních par) v komoře vzorku o tlaku řádově  $10^3$  Pa. Nutné bylo zavedení nových způsobů detekce sekundárních a zpětně odražených elektronů, z nichž je nejpoužívanější tzv. ionizační detektor.

Na uvedení čtenáře do problematiky slouží obr. 1-1, zde vidíme zjednodušené schéma ESEM. ESEM se skládá ze zdroje elektronů, elektronové optiky, tvořené obvykle kondenzorovou a projekční (objektivovou) čočkou. Elektronová optika přenáší a zmenšuje obraz křižště katody do roviny vzorku. Stigmátor slouží ke korekci astigmatické vady. Zaostřený paprsek elektronů je rozmítán po povrchu vzorku pomocí rastrovacích cívek.

Následující kapitoly se budou snažit popsat celé zařízení podrobněji a systematicky, od zdroje elektronů až po konečné detektory. Způsob zesílení a zpracování elektrického signálu z detektorů již není obsahem této práce.



Obr. 1-1 Řez ESEM ; převzato z [3]

## 1.1 Zdroj elektronů

### 1.1.1 Termoemisioní zdroje

Historicky nejstarším typem elektronového zdroje je termoemisioní přímo žhavená wolframová katoda. Na katodu je přivedeno záporné napětí 1-50kV a žhavicí střídavé napětí. Atomům wolframu je dodána tepelná energie, která překoná výstupní práci elektronu (pro wolfram  $\phi = 4,5$  eV). Pod katodou se nachází anoda na potenciálu země, mezi oběma elektrodami tak vznikne napětí, které urychlí emitované elektrony. Výstupní práci wolframu lze snížit chemickou aktivací (pokrytí katody tenkou vrstvou jiného prvku) a vhodnou volbou krystalografické orientace monokrystalického vlákna, či jeho zabroušením. [4]

Žhavicí napětí nesmí překročit hodnotu, při které dojde ke stavu nasycení. Poté již anoda nestíhá odsávat všechny emitované elektrony, okolo hrotu vznikne oblast prostorového náboje, která má výrazný vliv na životnost wolframového hrotu a na tvar paprsku elektronů. Kolem hrotu je také tzv. fokusační elektroda (Wehneltův válec) na potenciálu ještě o 0-500V nižším než potenciál katody. Fokusační elektroda je ve tvaru válce, funguje jako zpětná vazba a stabilizuje emisi elektronů. Navíc se dohromady s katodou jedná o první ze soustavy spojných čoček elektronové optiky. [1]

Proud elektronů vychází z plochy křížště v určitém prostorovém úhlu, tento kvalitativní parametr svazku elektronů popisuje tzv. směrová proudová hustota trysky  $\beta$ :

$$\beta = \frac{I_k}{\Delta S_k \Delta \Omega} \quad (\text{A} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sr}^{-1}), \quad (1.1)$$

kde  $I_k$  je proud svazku v místě křížště (A);  $\Delta S_k$  je plocha křížště ( $\text{cm}^2$ );  $\Delta \Omega$  prostorový úhel, do kterého se svazek šíří (sr) .

V poslední době se stále více využívá hexaboridu lanthanu  $\text{LaB}_6$ . Ten má oproti wolframu nižší výstupní práci 2,7 eV. To umožňuje dosáhnout vyšších směrových proudových hustot  $\beta$  při nižší teplotě viz. Tab. 1-1. [5]

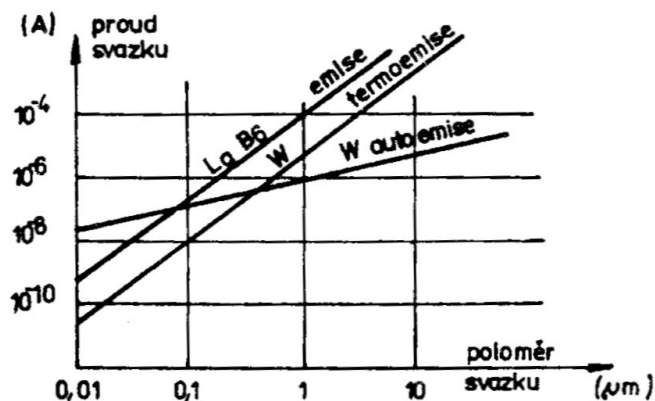
### 1.1.2 Autoemisioní zdroj

Mezi tyto trysky se řadí ty, které používají k emisi silné elektrické pole, teplota může pouze emisi podporovat (tzv. Schotkyho efekt). Monokrystal wolframu je vyleptán do hrotu 20-200 nm. Pod ním se nachází elektroda na potenciálu 3kV pro ovládání emisního proudu a pod ní druhá elektroda na vyšším potenciálu pro urychlení elektronů. Obě elektrody zároveň působí dohromady jako elektrostatická spojka, vytvářející první křížště elektronů. Tyto zdroje vynikají svou vysokou směrovou proudovou hustotou (řádově  $10^8 \text{ A} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sr}^{-1}$ ), při dodržení ultravakua nejméně  $10^{-6}$  Pa. [1]

Tab. 1-2 Porovnání parametrů zdrojů elektronů

Typ zdroje	W	$\text{LaB}_6$	autoemisioní
$\Phi$ (eV)	4,5	2,7	
T (K)	2800	1400 - 2000	(1000)
p (Pa)	$\sim 5 \cdot 10^{-3}$	$< 10^{-4}$	$< 10^{-6}$
$\Delta E$ (eV)	1-3	0,5 - 2	0,2 – 0,4
$\beta$ ( $\text{A} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sr}^{-1}$ )	$2 \cdot 10^4$	$40 \cdot 10^4$	$10^8$

U autoemisních zdrojů lze díky vyšší směrové proudové hustotě  $\beta$  oproti termoemisním zdrojům dosáhnout menšího průměru svazku elektronů v prvním křížišti. Průměr svazku elektronů v prvním křížišti bývá pro autoemisi  $d_k=30-100$  nm. Průměr svazku v prvním křížišti u termoemisních zdrojů je zhruba:  $d_k=10-50$   $\mu\text{m}$ . Závislost proudu svazku na poloměru svazku je vidět na Obr. 1-2.



Obr. 1-2 Závislost mezi proudem a dosažitelným průřezem svazku pro různé druhy katod; Převzato z [4]

Z hlediska emitérů je snaha dosáhnout co nejmenšího průměru svazku o co největší směrové proudové hustotě  $\beta$ . Po přihlédnutí k náročnosti realizace vakuových podmínek u autoemisních zdrojů se nejvýhodněji jeví emisní zdroj  $\text{LaB}_6$ . O přenos a zmenšení prvního křížišť svazku elektronů do roviny vzorku se stará optika elektronového svazku.

## 1.2 Optika elektronového mikroskopu

Čoček se v ESEM využívá k dvěma hlavním účelům. Zaprvé je to k ostření paprsku na menší průměr (analogie spojky v optice) a za druhé k rastrování s tenkým paprskem elektronů po povrchu vzorku. Všechny čočky v elektronové optice jsou založeny na vychylování pohybujícího se elektronu elektrostatickým, magnetickým, nebo elektromagnetickým polem. Čočky se podle využívaného pole dělí na elektrostatické, magnetické a elektromagnetické. Vliv elektromagnetického pole na elektron popisuje tzv. Lorentzova síla:

$$\mathbf{F}_e = -e(\mathbf{E} + \mathbf{B} \times \mathbf{v}) \quad (\text{N}), \quad (1.2)$$

kde  $e$  je náboj elektronu (C),  $\mathbf{E}$  vektor intenzity el. pole ( $\text{V}\cdot\text{m}^{-1}$ ) a  $\mathbf{B} \times \mathbf{v}$  vektorový součin vektoru magnetické indukce (T) a rychlosti elektronu ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ).

Jestliže elektron vnikne do homogenního magnetického pole pod úhlem  $\alpha$ , začne na něj působit síla  $F_e$  kolmá ke směru pohybu elektronu i ke směru pole. Výsledná dráha bude mít tvar šroubovice.

Vhodným zvolením délky cívky, lze dosáhnout toho, že elektrony vnikající do homogenního magnetického pole pod různými úhly a vykonávající spirálovitý pohyb, se protnou na ose  $x$  v jednom bodě. Elektrony můžeme ostřit také středem tzv. krátké cívky s nehomogenním polem tvořeným šterbinou s pólovými nástavci. Důležitou vlastností takové čočky je, že elektrony vzdálenější od optické osy budou díky tvaru siločar v okolí pólových nástavců více ostřeny k optické ose. [1]

Pro vyjádření zvětšení čočky lze použít vztah z optiky pro tenké čočky:

$$Z_c = \frac{v}{u} \quad (-), \quad (1-3)$$

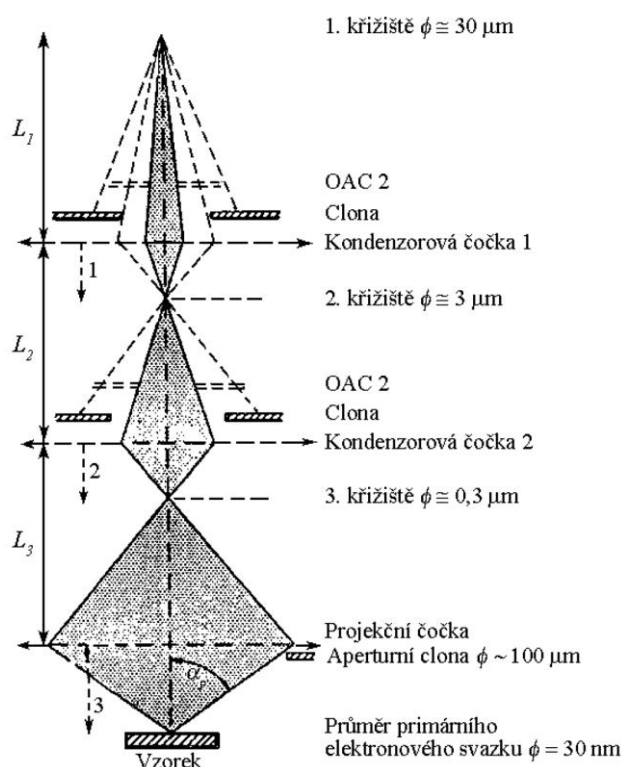
kde  $v$  je obrazová vzdálenost (cm) a  $u$  předmětová vzdálenost (cm).

Čočková rovnice má rovněž stejný tvar jako v optice:

$$\frac{1}{f} = \frac{1}{u} + \frac{1}{v}, \quad (1.4)$$

kde  $f$  je ohnisková vzdálenost čočky (cm).

Nejčastěji jsou optické soustavy konstruovány jako dvoustupňové, nebo třístupňové viz obr. 1-3 (s dvěma kondenzory a projekční čočkou). Projekční čočka se nazývá čočka nejbližší k vzorku. Její vzdálenost od vzorku se nazývá pracovní vzdálenost.



Obr. 1-3 Chod paprsku v tříčočkové zmenšující soustavě, OAC2-obraz aperturní clony ; převzato z [5]

U elektrostatických čoček je síla působící na elektron v elektrostatickém poli rovna :

$$\mathbf{F}_e = -e \mathbf{E} \quad (1.5)$$

Jestliže elektron vletí do příčného elektrostatického pole v ose  $y$ , začne na něj působit síla proti směru intenzity elektrického pole. Jeho původně přímočarý pohyb se změní v parabolický pohyb. Příčné elektrické pole je vhodné pro vychylování v jedné ose a lze ho využít pro vychylování paprsku elektronu – k rastrování po povrchu vzorku. Vychylovací systém je složen nejméně ze 4 elektrod pro vychylování v ose  $x$  a  $y$ . Elektrod bývá obvykle více,  $n$  elektrod vytvoří  $n$ -pólové pole. Přiváděním potenciálu na různé protilehlé elektrody lze také simulovat otáčení vzorku. Novější ESEM používají k vychylování magnetické pole cívek.

## 1.2.1 Vady čoček

### Otvorová (sférická) vada

Elektrony pohybující se dále od optické osy jsou elektromagnetickou čočkou více zakřivovány. Mezi velikostí síly způsobující zakřivení dráhy elektronu a vzdáleností  $r$  však neplatí přímá úměrnost. Vlivem tohoto faktu se elektrony po průchodu magnetickým polem čočky neprotnou v jednom bodě na ose  $x$ .

Nejmenší průměr má však svazek ve vzdálenosti  $0,75 C_s \alpha_p^3$  od Gaussovy roviny, kde ještě elektrony ležící nejbližší k ose paprsku tuto osu neprotuly. Čočka po zahrnutí sférické vady může v této vzdálenosti vytvořit kroužek o nejmenším průměru:

$$d_s = 0,5 C_s \alpha_p^3 \text{ (cm)}, \quad (1.6)$$

kde  $\alpha_p$  je poloviční aperturní úhle čočky (rad),  $C_s$  koeficient otvorové vady (cm).

$C_s$  závisí na energii elektronů a ohniskové vzdálenosti čočky. Lze ho snížit zmenšením ohniskové vzdálenosti, nebo pomocí vložení rotačně nesymetrického pole. Snížení energie elektronů, nebo použití menší clony (menší aperturní úhel) snižuje proud svazku, což nemusí být žádoucí. [1]

### Chromatická vada

Ohnisková vzdálenost magnetické čočky závisí na urychlovacím napětí a tedy kinetické energii elektronů. Ta může být však rozdílná vlivem kolísání urychlovacího napětí, nestejnou rychlostí opouštění elektronu emitéru a tzv. Boerschovým jevem.

Boerschův jev je založen na náhodných coulombovských reakcích v křížišti čočky.

Vlivem chromatické vady vznikne rozptylový kroužek o průměru:

$$d_c = \frac{\Delta U}{U_0} C_c \alpha_p \text{ (cm)}, \quad (1.7)$$

kde  $\Delta U/U_0$  je poměrné zvlnění urychlovacího napětí (-),  $C_c$  koeficient chromatické vady čočky (cm).  $\Delta U/U_0$  vyjadřuje stabilitu urychlovacího napětí a budícího proudu čočky a koeficient chromatické vady  $C_c$  závisí na ohniskové vzdálenosti. Chromatickou vadu lze opět snížit zmenšením aperturního úhlu. [1]

### Vada způsobená difrakcí

Duální charakter elektronu způsobuje ohyb elektronů na kruhové cloně a následnou interferenci v obrazové rovině. Nejintenzivnější kroužek 1. maxima bude mít průměr:

$$d_d = 1,22 \lambda / \alpha_p \text{ (cm)}, \quad (1.8)$$

kde  $\lambda$  je vlnová délka elektronů (cm)

Na rozdíl od otvorové vady zde platí nepřímá úměra s  $\alpha_p$ . Optimální velikost  $\alpha_p$  lze nalézt položením rovnosti vzorců (1.6) a (1.8). [1]

### Astigmatismus

Reálné čočky nemají ideálně symetrické magnetické pole vlivem nedokonalosti vrtání, nehomogenity feromagnetického materiálu pólových nástavců, nedokonalosti vinutí cívek, vlivem nabitých nečistot na clonách. Tento jev lze účinně odstranit tzv. stigmátorem, který dokáže korigovat velikost i směr nesymetrie. Stigmátor bývá umístěn uvnitř finální čočky.

Předpokládá se, že všechny důležité vady zobrazení způsobuje projekční čočka. [1]



Důležitou vlastností ESEM je, že proud elektronového svazku  $I_p$  dopadající na vzorek, směrová proudová hustota  $\beta$ , úhlová apertura  $\alpha_p$  a průměr dopadajícího svazku na vzorek  $d_p$  spolu navzájem souvisí a nemohou se změnit samostatně bez změny zbylých veličin. Za předpokladu, že proudová hustota je v kruhu o průměru  $d_p$  rovnoměrná, konečný proud paprsku elektronů dopadající na vzorek  $I_p$  je roven:

$$I_p = \beta \Delta S_k \Delta \Omega = \frac{\pi^2}{4} \beta d_p^2 \alpha_p^2 \quad (\text{A}), \quad (1.9)$$

kde  $d_p$  je průměr svazku elektronů dopadající na vzorek (cm).

Z předešlé rovnice můžeme vyjádřit průměr svazku dopadající na vzorek bez započítaných chyb čoček.

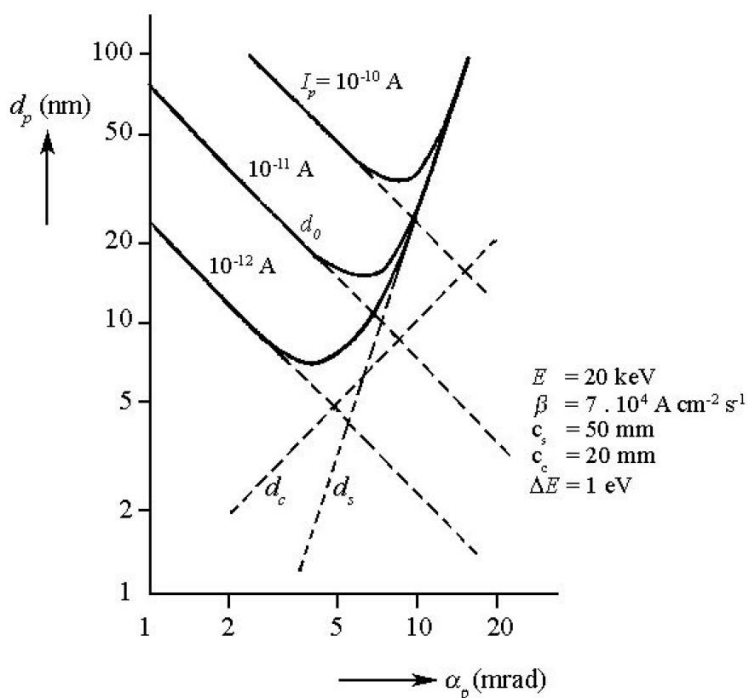
$$d_p = \left( \frac{4I_p}{\pi^2 \beta} \right)^{1/2} \alpha_p^{-1} = C_0 \alpha_p^{-1}, \quad (1.10)$$

kde  $C_0$  je konstanta zahrnující proud svazku  $I_s$  a směrovou proudovou hustotu  $\beta$ .

Po zahrnutí vzorců (1.6), (1.7) a (1.8) pro vady čoček pro finální čočku, která je nositelem všech významných vad zobrazení, získáme efektivní průměr elektronového kroužku na vzorku  $d_e$  se započítanými vadami. [5]

$$d_e^2 = d_p^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_d^2 = C_0^2 \alpha_p^{-2} + 0,25 C_s^2 \alpha_p^6 + \left( \frac{\Delta U}{U_0} \right)^2 C_c^2 \alpha_p^2 + \frac{(1,22\lambda)^2}{\alpha_p^2} \quad (1.11)$$

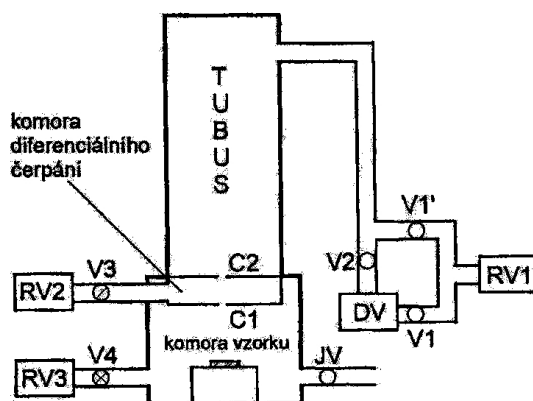
Průměr aperturní clony a tedy i velikost aperturního úhlu  $\alpha_p$  lze zvětšovat a tím zmenšovat průměr dopadajícího svazku na vzorek  $d_p$  pouze do určitého bodu, než se začnou výrazně uplatňovat sférická a chromatická vada jak je vidět na obr. 1-4.



Obr. 1-4 Závislost průměru stopy primárního svazku elektronů na aperturním úhlu  $\alpha_p$  pro proudy elektronového svazku  $I_p = 10^{-10}$ ,  $10^{-11}$  a  $10^{-12}$  A, převzato z [5]

### 1.3 Vakuový systém ESEM

Jak již bylo řečeno v úvodu, hlavním znakem ESEM je vyšší tlak v komoře vzorku – řádově  $10^3$  Pa oproti tlaku v tubusu  $10^{-3}$  Pa (pro  $\text{LaB}_6$  katodu  $10^{-4}$  Pa). Toho je dosaženo tzv. komorou diferenciálního čerpání oddělenou vakuovými clonami. Pro katody  $\text{LaB}_6$  a autoemisní se z důvodu ještě větších rozdílů tlaků může použít ještě druhé komory diferenciálního čerpání. Z jednotlivých prostor je plyn vysáván vývěvami. Připouštění plynu provádí jehlový ventil v komoře vzorku, proudění plynu do komory diferenciálního čerpání a tubusu omezují vakuové clony. Na průměru těchto clon závisí tlak v jednotlivých prostorech. Clona C2 je zároveň aperturní clonou a určuje šířku paprsku elektronů. Schéma jednoduché soustavy s jednou komorou diferenciálního čerpání je vidět na obr 1-5. [2]



Obr. 1-5 Zjednodušené schéma vakuové soustavy ESEM:

RV1, RV2, RV3 – rotační vývěvy, DV-difuzní vývěva

V1, V1', V2, V3, V4 – vakuové ventily, JV- jehlový ventil, C1, C2-tlak omezující clony, převzato z [2]

## 2 INTERAKCE V PROSTŘEDÍ ESEM A JEJICH PRODUKTY

Proud elektronového svazku interaguje s plynným prostředím v komoře vzorku a až poté dopadá na vzorek a vznikají pro nás důležité produkty. K zesílení produktů se používá opět interakcí s plynným prostředím. Interakce s plynným prostředím tedy nejsou rozhodně nedůležité a budou probrány jako první. Interakce v oblasti tubusu mikroskopu, který je vysoce evakuován se neuvažují.

### 2.1 Interakce s plynem v komoře vzorku

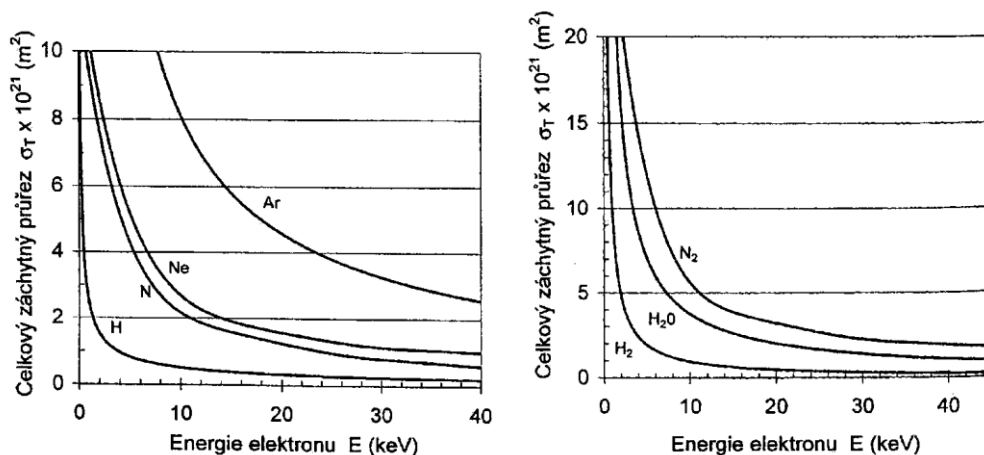
Primární elektrony při průchodu plynným prostředím ztrácí svou kinetickou energii a některé se odchyľují od svých původních drah, dochází k rozptylu.

Naštěstí jsou ztráty energie i rozptylový úhel velmi malé. Vychýlení elektronů závisí na množství srážek, které během své dráhy prodělají. Tento parametr popisuje průměrný počet srážek  $m$ . Pokud pro malý počet srážek  $m$  položíme vzdálenost od vzorku rovnou dráze elektronu, dostaneme vztah:

$$m = \sigma_T p d / kT, \quad (2.1)$$

kde  $\sigma_T$  je celkový záchytný průřez plynu ( $\text{m}^2$ ),  $p$  značí tlak (Pa),  $d$  je tloušťka vrstvy plynu, kterou elektron prochází (m),  $k$  představuje Boltzmanovu konstantu a  $T$  je absolutní teplota (K).

Velikost celkového záchytného průřezu plynu se se zvyšující energií primárních elektronů snižuje, jak je vidět na obr. 2-1. Z hlediska srážek je tedy vhodné volit energii primárních elektronů těsně za „kolenem“ této křivky (pro vodní páry 10 keV), aby byl proud primárních elektronů co nejméně rozptýlen. [2]



Obr. 2-1 Celkový záchytný průřez plynu v závislosti na energii elektronu pro některé: a) atomární b) molekulární plyny, převzato z [2]

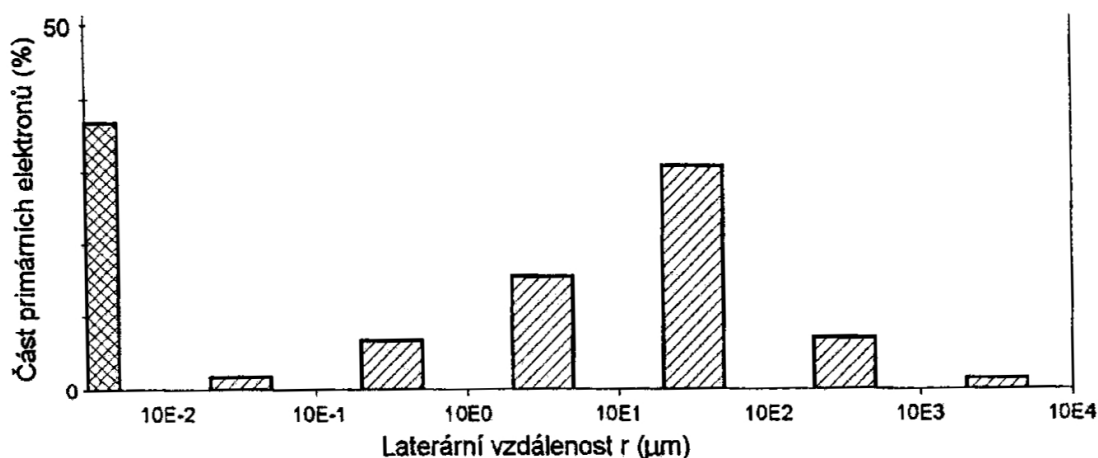
Pravděpodobnost, že se elektron na své dráze srazí s atomy  $x$ -krát je dána Poissonovým rozložením:

$$P(x) = m^x e^{-m} / x!, \quad (2.2)$$

kde  $m$  je průměrný počet srážek pro dané podmínky a  $x$  počet srážek.

Pracovní podmínky jsou většinou optimalizovány, aby průměrný počet srážek byl menší než 3. například při  $m=3$  neinteraguje 37% elektronů primárního svazku a dopadá na vzorek v původní stopě.

Na obr. 2-2 je vidět histogram laterálního rozložení elektronů primárního svazku o nekonečně malém průměru po průchodu vrstvou argonu o tloušťce 1.4 mm.



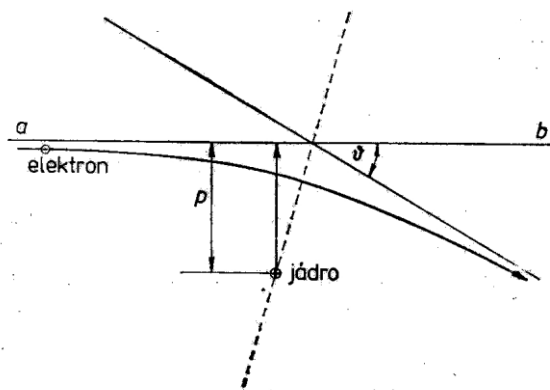
Obr. 2-2 Histogram laterálního rozložení elektronů primárního svazku o nekonečně malém průměru po průchodu vrstvou Ar o tloušťce 1.4 mm. Nerozptýleno zůstává 36.8 % elektronů, převzato z [2]

## 2.2 Mechanizmy interakce elektronů se vzorkem

Elektrony dopadající na vzorek vniknou do určité hloubky závislé na energii primárních elektronů. Podle mechanismu interakce s atomy vzorku vznikají rozdílné signály. Mechanizmy interakce elektronů se vzorkem dělíme na 2 základní druhy: pružný a nepružný rozptyl.

### 2.2.1 Pružný rozptyl

Tento mechanismus lze popsat pomocí klasické mechaniky Coloumbovských sil. Na obr. 2-3 je zobrazen mechanismus takové interakce. Elektron letící rychlostí  $v$  ve velké vzdálenosti od jádra (pro zanedbání vlivu elektronového obalu) podél přímky  $ab$  vzdálené  $p$  od jádra je přitahován k jádru Coulombovou silou. Hmotnost elektronu je vůči hmotnosti jádra zanedbatelná, takže se elektron začne pohybovat po hyperbolické dráze s ohniskem v jádře atomu. Po opuštění silového pole jádra se elektron pohybuje po přímce, která s původní dráhou svírá rozptylový úhel  $\vartheta$ . [1]



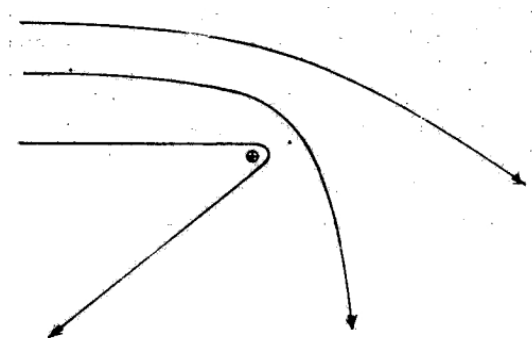
Obr. 2-3 Zakřivení dráhy elektronu v poli jádra, převzato z [1]

Rozptylový úhel lze vypočítat pomocí:

$$\cotg \frac{\nu}{2} = \frac{m_e v^2}{2e^2 Z} o \quad , \quad (2.3)$$

kde  $m_e$  je hmotnost elektronu (kg),  $v$  – rychlost elektronu ( $\text{m.s}^{-1}$ ),  $o$ - náměrná vzdálenost (m),  $e$ - náboj elektronu (C),  $Z$  atomové číslo jádra.

Rozptylový úhel je nepřímo úměrný s náměrnou vzdáleností k jádru. Při dostatečně malé náměrné vzdálenosti může být elektron již při jedné takové pružné interakci odchýlen zpět, jak je vidět na obr 2-4. [1]



Obr. 2-4 Závislost rozptylového úhlu na náměrné vzdálenosti, převato z [1]

Elektron tedy může vzorek opustit již po jedné srážce s velkým rozptylovým úhlem, nebo důsledkem více pružných srážek s menšími rozptylovými úhly. Elektrony které prodělají pouze jednu pružnou srážku a vrací se ze vzorku se nazývají pružně zpětně odražené elektrony (EBSE) a mohou mít energii pouze o několik eV nižší než primární elektrony. Za zpětně odražené elektrony (BSE) vzniklé v průběhu pružných srážek jsou považovány elektrony s vyšší energií než 50 eV.

### 2.2.2 Nepružný rozptyl

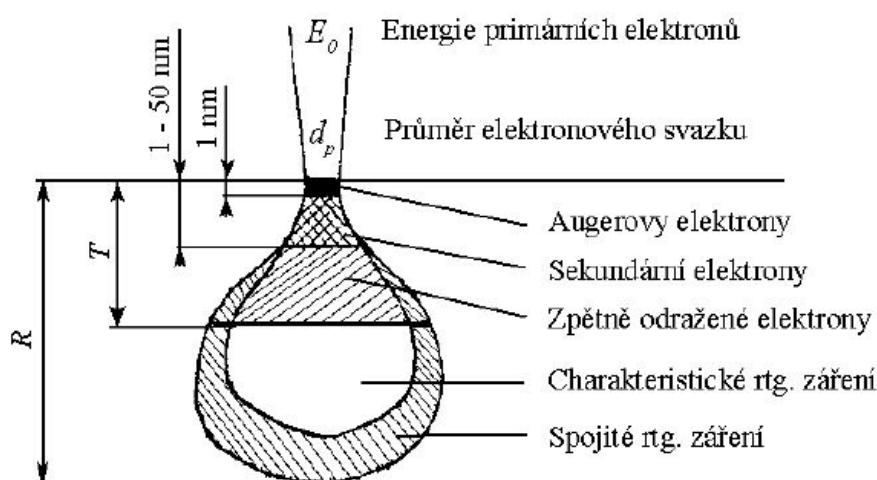
Elektron z primárního svazku může s určitou pravděpodobností narazit do elektronu v elektronovém obalu atomu a dodat mu energii a tím primární elektron ztratí část své kinetické energie. Jestliže má elektron primárního svazku energii dostatečně velkou, dodá při srážce elektronu v atomovém obalu energii potřebnou k překonání potenciálové bariéry pole atomového jádra a elektron atom opustí.

Takový elektron se nazývá sekundární elektron (dále SE). SE opustí atom s kinetickou energií (rychlostí), která je dána rozdílem dodané energie primárním elektronem a výstupní práce elektronu z látky. Vakance v elektronovém obalu je zaplněna elektronem z vyšší energetické hladiny a rozdíl těchto energetických hladin je vyzářen v podobě charakteristického kvanta záření, nebo Augerova elektronu. Speciální typy mikroskopie se detekcí posledních dvou zmíněných produktů zabývají. V ESEM je nemožné detekovat Augerovy elektrony vzhledem ke kontaminaci povrchu preparátu zbytkovými plyny.

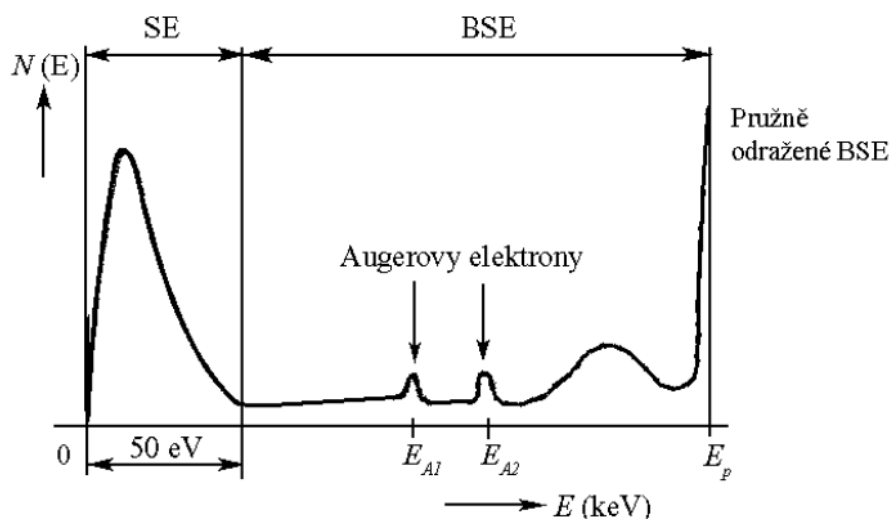
## 2.3 Zpětně odražené elektrony

Jak již bylo řečeno, zpětně odražené elektrony (dále BSE) vznikají v průběhu pružných srážek elektronů primárního svazku s atomy vzorku. Na obr. 2-5 je vidět velikost excitačního objemu vzorku. Za zpětně odražené elektrony BSE se považují ty elektrony, které vystupují ze vzorku s energií vyšší než 50 eV maximálně z hloubky T na obr. 2-5 (řádově desetiny až jednotky  $\mu\text{m}$ ). Pro únik z větší hloubky než T již nemá BSE dostatečnou energii. Primární elektrony na své dráze prodělají jednu nebo více pružných interakcí a výsledkem je odchýlení jejich dráhy zpět ze vzorku ve formě BSE.

R značí maximální hloubku vniku primárních elektronů. Hloubka R je řádově 0,1-10  $\mu\text{m}$  v závislosti na energii primárních elektronů a hustotě vzorku. [5] Hloubka T je zhruba  $\frac{1}{2}$  hloubky R. Energetické rozložení signálních elektronů je vidět na obr. 2-6, hranice 50 eV smluvně určená.



Obr. 2-5 Velikost excitovaného objemu pro některé signály, převzato z [6]



Obr. 2-6 Energetické rozložení signálních elektronů, převzato z [6]

Při průletu elektronu v okolí jádra dojde ke změně elektrického pole, která vyvolá vznik magnetického pole. Toto vlnění se bude šířit prostorem jako elektromagnetické vlnění. Elektron při této interakci ztratí část energie, která se vyžáří formou brzdného spojitého kvanta záření. [1]

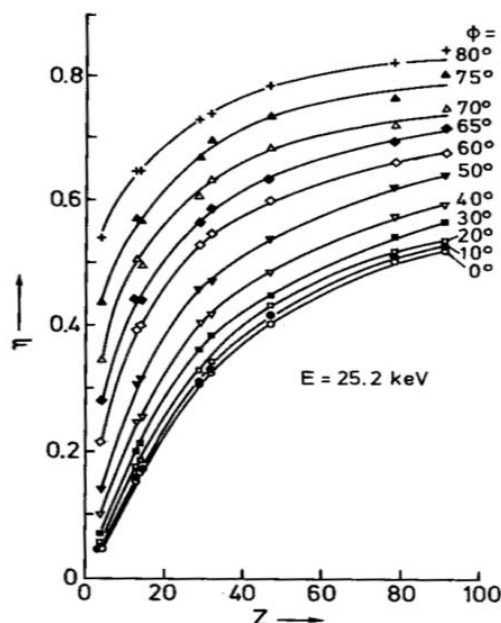
Velikost signálu zpětně odražených elektronů se určuje pomocí tzv. koeficientu emise zpětně odražených elektronů. Ten je definován jako proud zpětně odražených elektronů  $I_{BSE}$  (A) ku celkovému proudu primárního svazku  $I_p$  (A):

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_p} \quad (-) \quad (2.4)$$

Tento koeficient je závislý na úhlu dopadu primárních elektronů  $\phi$  a na typu materiálu vzorku - na protonovém čísle prvku. Zjednodušeně lze říct, že čím větší je atom (větší protonové číslo), tím větší je pravděpodobnost pružného rozptylu a generace BSE. Závislost koeficientu emise zpětně odražených elektronů na protonovém čísle prvku a úhlu dopadu je vidět na obr. 2-7. Úhel dopadu se nazývá úhel, který svírá dopadající primární elektron s kolmicí na povrch vzorku. Díky závislosti koeficientu emise zpětně odražených elektronů na atomovém číle prvku vzorku tvoří BSE v obraze materiálový kontrast. [4] [5]

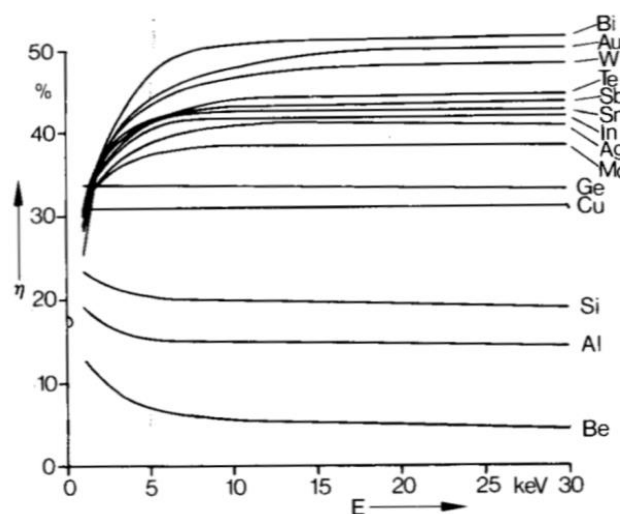
Závislost je aproximována vztahem:

$$\eta = -0.0254 + 0,016Z - 1,86 \cdot 10^{-4} Z^2 + 8,3 \cdot 10^{-7} Z^3 \quad (2.5)$$



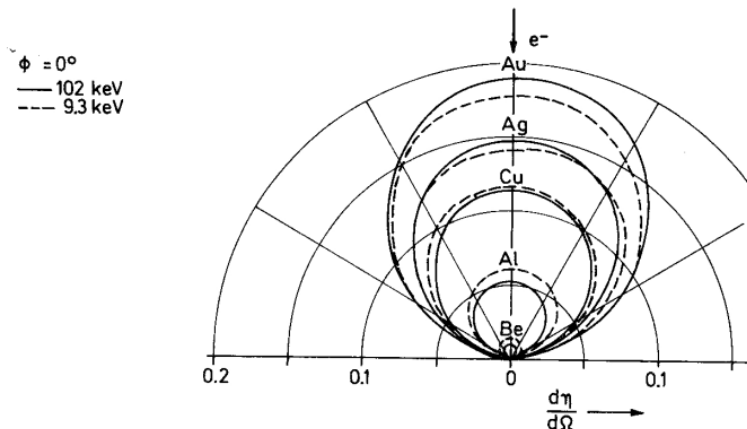
Obr. 2-7 Růst koeficientu emise zpětně odražených elektronů  $\eta$  při energii primárních elektronů 25,2 keV v závislosti na protonovém čísle  $Z$  pro různé úhly dopadu  $\phi$  ( $\phi=0$  je kolmý dopad), převzato z [5]

Na energii primárních elektronů je koeficient zpětného odrazu při energiích 10 keV a vyšší téměř nezávislý viz obr. 2-8. [5]



Obr. 2-8 Koeficient zpětného odrazu jako funkce energie primárních elektronů, převzato z [5]

Pro konkrétní úhel dopadu je možno získat maximální materiálový kontrast umístěním detektoru do určité polohy. Například na obr. 2-9. je vidět, že nejvíce zpětně odražených elektronů se šíří proti směru dopadu primárních elektronů, detektor umístěný v okolí aperturní clony by tak získával výrazný materiálový kontrast vzorku. V tomto případě by šlo také získat převahu topografického kontrastu umístěním detektoru těsně nad rovinu vzorku.



Obr. 2-9 Polární diagram  $d\eta/d\Omega$  pro úhel dopadu  $0^\circ$ , převzato z [5]



## 2.4 Sekundární elektrony

Sekundární elektrony vznikají, jak již bylo řečeno v procesu nepružných srážek a mají smluvně energii menší než 50 eV. Vystupují vzhledem k jejich nízké energii pouze z malé hloubky na obr. 2-10 značené jako  $t_{se}$ , která činí 1-50 nm (podle typu vzorku).

Účinnost generace sekundárních elektronů vyjadřuje koeficient emise sekundárních elektronů. Je popsán jako poměr proudu sekundárních elektronů  $I_{SE}$  (A) ku proudu primárních elektronů  $I_p$  (A) :

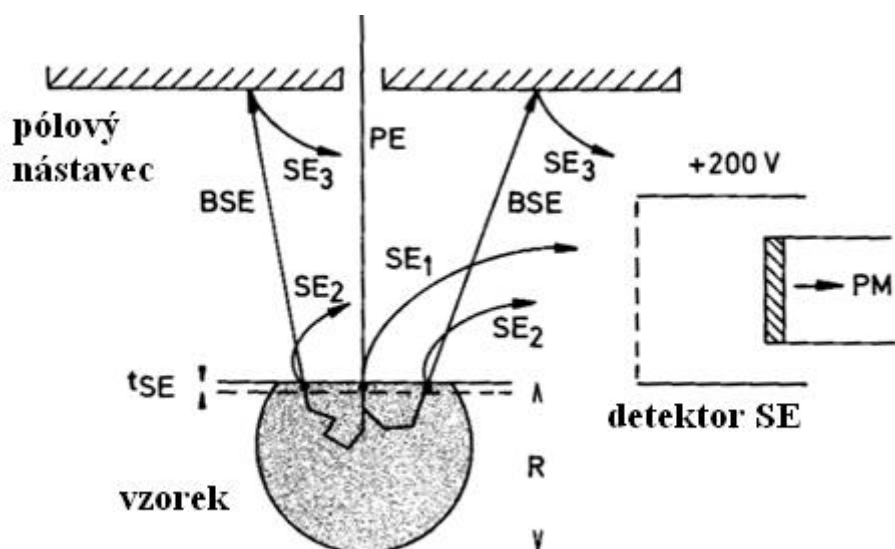
$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_p} \quad (-) \quad (2.6)$$

Sekundární elektrony lze rozdělit na několik skupin:

SE1 – nejžádanější sekundární elektrony, které se uvolňují pouze z místa dopadu primárních elektronů.

SE2 – sekundární elektrony generované zpětně odraženými elektrony v blízkosti povrchu vzorku při úniku zpětně odražených elektronů látkou.

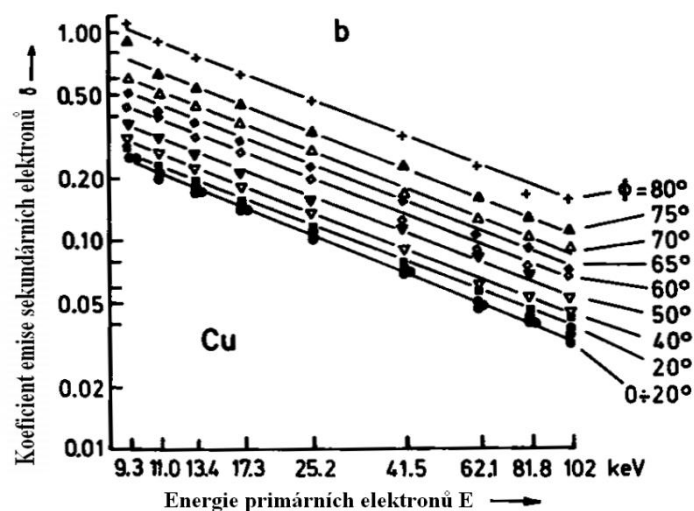
SE3- sekundární elektrony generované po dopadu zpětně odražených elektronů na stěny komory vzorku viz obr. 2-10. [5]



Obr. 2-10 Příspěvky SE1, SE2 a SE3 k signálu sekundárních elektronů, převzato z [5]

Na protonovém čísle není koeficient  $\delta$  oproti zpětně odraženým elektronům téměř závislý.

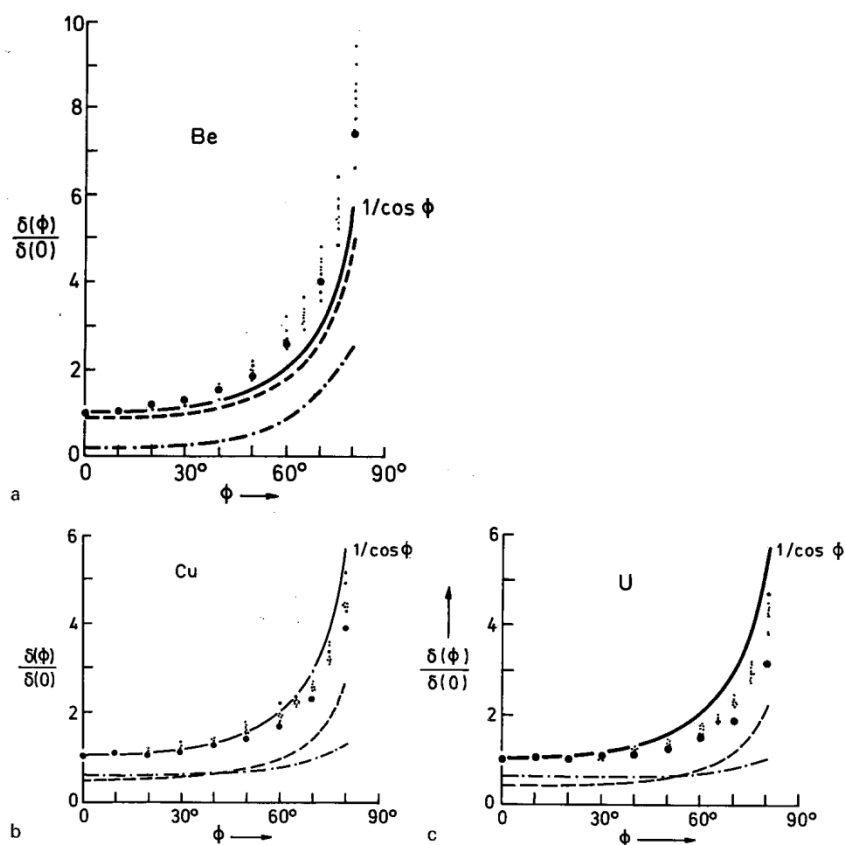
Závislost koeficientu  $\delta$  na energii primárních elektronů s energií řádu keV je klesající a lze ji popsat rovnicí  $\delta = E^{-0.8}$ . Tato závislost pro měď a různé úhly dopadu je vidět na obr. 2-11.[5]



Obr. 2-11 Pokles koeficientu emise sekundárních elektronů s rostoucí energií primárních elektronů pro měď a rozdílné úhly dopadu primárních elektronů, převzato z [5]

Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů  $\delta$  na úhlu dopadu  $\phi$  primárního svazku umožňuje získat topografickou informaci v obraze SE.

Křivku poměru koeficientu emise sekundárních elektronů vztažená ke koeficientu emise sekundárních elektronů při kolmém dopadu ( $\delta=0$ ) v závislosti na úhlu dopadu  $\phi$  lze aproximovat funkcí  $\sec \phi = \frac{1}{\cos \phi}$ , s tím že je strmější než  $\sec \phi$  pro malá protonová čísla a méně strmá pro větší protonová čísla. Tato závislost je vidět na obr. 2.12



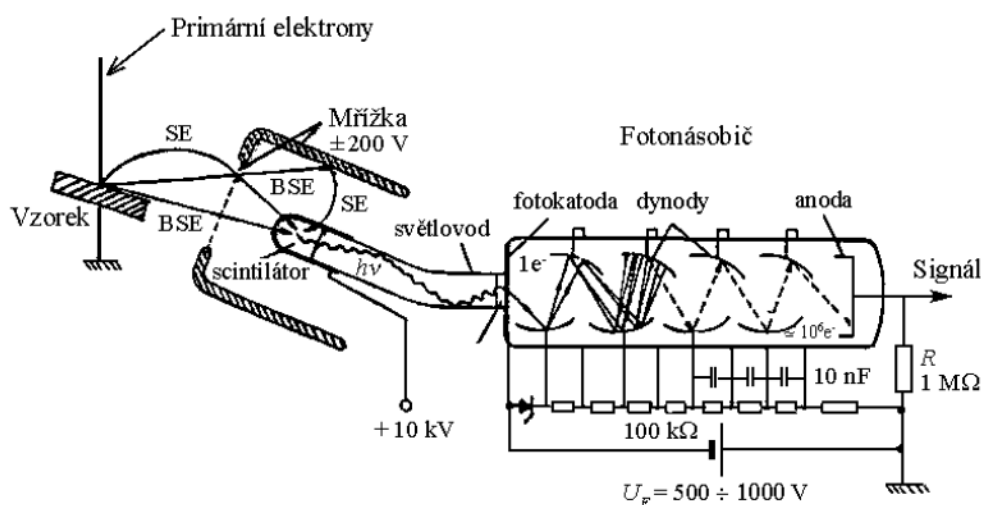
Obr. 2-12 Závislost  $\delta(\phi) / \delta(0)$  na úhlu dopadu pro a) Be b) Cu c) U, převzato z [5]

### 3 ZPŮSOBY DETEKCE

Následující kapitola si klade za cíl ukázat důvody, které vedly k nutnosti vytvořit ionizační detektor pro ESEM a popisují stav techniky před jeho vytvořením. Na úvod bude popsán Everhart-Thornleyho detektor. Nakonec bude popsán ionizační detektor.

#### 3.1 Everhart-Thornleyho detektor

Jedná se o hojně používaný detektor v klasické SEM s nízkým podílem šumu a velkou šířkou pásma. Jeho principem je převod signálního elektronu na foton a zpětný převod na elektrony. Everhart-Thornleyho detektor je schopen detekovat jak BSE, tak SE. Princip bude detailněji popsán pomocí následujícího schéma viz obr. 3-1.



Obr. 3-1 Schématické znázornění Everhart-Thornleyho detektoru v uspořádání pro detekci sekundárních elektronů, převzato z [6]

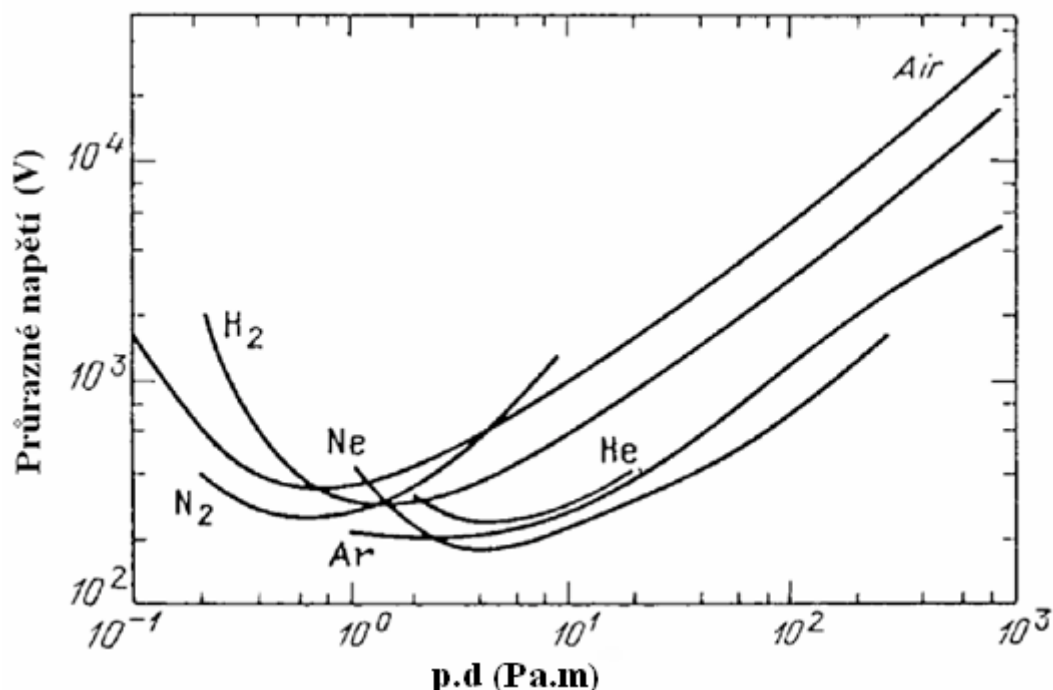
Na obr. 3-1 je vidět mřížka, které se také říká kolektor. Na tuto mřížku může být přivedeno kladné i záporné napětí, což má důležitý vliv na to, jaký signál bude detektor detekovat, viz dále. Mřížka kolektoru navíc svým tvarem účinně stíní elektrické pole u scintilátoru, na jehož pokovený povrch se přikládá při detekci SE napětí řádově 10 kV. Scintilátor převádí elektrony na fotony pomocí katodoluminiscence. Aby elektron vyvolal scintilaci a také prošel pokovenou vrstvou scintilátoru, musí mít dostatečnou energii, obvykle 10 keV.

Při energii elektronu dopadajícího na scintilátor 10 keV je generováno přibližně 10-15 fotonů, většina absorbované energie se nezářivě přemění na teplo. Vzniklé fotony jsou vedeny světlovodem k fotokatodě fotonásobiče. Po dopadu na fotokatodu vzniknou tzv. fotoelektrony s účinností 5-20%. Následuje fotonásobič složený z dynod s odstupňovaným kladným napětím vůči katodě. Dynody jsou tvořeny z materiálu o vysokém koeficientu emise sekundárních elektronů. Postupná akcelerace elektronů a generace SE na 8-10 dynodách má za následek vysoký zisk fotonásobiče. Proud sekundárních elektronů vyvolá po dopadu na anodu na odporu R napěťový puls, který se dál zesiluje a využívá jako signál. [1] [5]

Na obr. 3-1 je vidět uspořádání pro detekci sekundárních elektronů. Na mřížku kolektoru se přikládá kladné napětí řádu stovek V, které odsává SE i z velkých prostorových úhlů. Napětí na kolektoru nemá na BSE o mnohonásobně vyšší energii vliv. Detektor sekundárních elektronů lze umístit i na úroveň vzorku, což účinně zamezí detekci BSE, které se pohybují se svou vysokou energií přímočaře. Pro vytvoření scintilace je, jak už bylo zmíněno, nutné urychlení SE a proto se na pokovený povrch scintilátoru přikládá napětí řádově 10 kV.

Pro detekci BSE se na mřížku může přiložit záporné napětí řádu stovek V, které zamezí přístup pomalých SE. [1]

V uspořádání pro detekci SE bylo řečeno, že na povrch scintilátoru se přikládá řádově 10 kV. To je však v podmínkách ESEM, kde jsou tlaky v komoře vzorku řádově  $10^3$  Pa nemožné. Tak velké napětí by při tomto tlaku plynu způsobilo samostatný výboj. Vznik samostatného výboje v plynu není závislý pouze na přiloženém napětí a okolním tlaku, ale také na vzdálenosti elektrod, mezi kterými dochází k výboji. Tuto charakteristiku nám ukazuje Paschenova křivka pro některé plyny na obr 3-2.



Obr. 3-2 Paschenovy křivky pro vybrané plyny, převzato z [7]

Vznik výboje hrozí například mezi scintilátorem na potenciálu řádově 10 kV a mřížkou s kladným nebo záporným potenciálem několik stovek V. Vzdálenost mřížky od scintilátoru je okolo 10 mm. Výboj také může vzniknout mezi scintilátorem a vzorkem. Vzdálenost scintilátoru od vzorku je většinou do 100 mm.

Například při tlaku  $P = 10^3$  Pa v komoře vzorku a vzdálenosti  $d = 10$  mm ( $p.d=10^1$ ) by bylo průrazné napětí dle Paschenovy křivky na obr. 3-2 pro většinu plynů menší než 1 kV, použití urychlovacího napětí 10 kV by zajisté vyvolalo samostatný výboj.

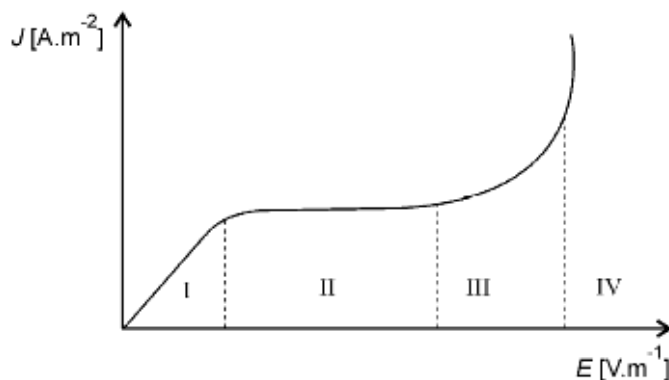
Závěrem lze říci, že Everhart-Thornleyho detektor v uvedeném uspořádání lze použít v ESEM pouze pro detekci BSE.

V poslední době se však objevily i uspořádání umožňující detekovat SE, využívající tlak omezující clony a další komoru diferenciálního čerpání.

### 3.2 Ionizační detektor

Tento typ detektoru využívá s výhodou okolní plynné prostředí k zesílení signálu elektronů nárazovou ionizací, v anglicky psané literatuře se objevuje pod zkratkou GSED.

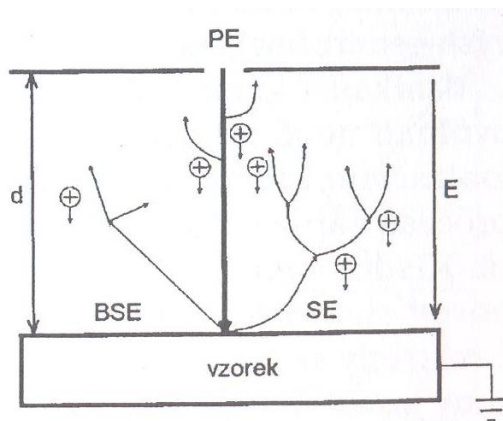
Závislost proudové hustoty na intenzitě elektrického pole v plynu je zobrazena na obr. 3-3. Ionizační detektor pracuje v oblasti III, kde je ještě výboj nesamostatný, řízený injekcí elektronů ze vzorku a zesilován nárazovou ionizací. V oblasti IV již vzniká samostatný výboj, do této pracovní oblasti se ionizační detektor nesmí dostat.



Obr. 3-3 Závislost proudové hustoty v plynu na intenzitě elektrického pole, převzato z [8]

Při popisu funkce ionizačního detektoru lze použít model deskového kondenzátoru s plynným dielektrikem viz obr. 3-4. Horní elektroda, jejímž otvorem vstupuje paprsek primárních elektronů, je na kladném potenciálu řádově stovek V. Spodní elektrodu tvoří uzemněný vzorek. Intenzita mezi elektrodami je dostatečně velká pro vyvolání nárazové ionizace v plynu. Část primárních elektronů, BSE a SE jsou zdroji nárazové ionizace, charakterizované prvním Townsendovým činitelem, jsou lavinovitě zesíleny a pohybují se směrem k horní kladně nabitě elektrodě. Zde je signál zachycen a elektronicky zesílen.

Nárazová ionizace má také za následek vznik proudu kationtů směřujících k povrchu vzorku, které po dopadu na vzorek s pravděpodobností danou druhým Townsendovým ionizačním činitelem, vyvolají emisi dalších BSE a SE. Navíc kladné ionty kompenzují případný záporný náboj vzniklý na povrchu vzorku izolačního charakteru a umožňují pozorovat elektricky nevodivé vzorky bez pokovení. [2]



Obr. 3-4 Principiální schéma ionizačního detektoru, převzato z [2]

Část primárních elektronů při průchodu mezi elektrodami vyvolá ionizaci okolních atomů a molekul a vznik proudu generovaných elektronů  $I_{GP}$  a stejně velkého proudu kationtů  $I_{GP+}$ , ten lze vyjádřit jako:

$$I_{GP} = I_{GP+} = I_P S_P p k \quad (\text{A}), \quad (3.1)$$

kde  $I_P$  je proud primárního svazku (A),  $S_P$  ionizační účinnost primárních elektronů ( $\text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ ),  $p$  tlak (Pa) a  $k$  se vypočítá jako

$$k = \frac{\exp(\alpha d) - 1}{\alpha [1 - \lambda (\exp(\alpha d) - 1)]} \quad (\text{m}), \quad (3.2)$$

kde  $\alpha$  je první Townsendův ionizační činitel ( $\text{m}^{-1}$ ),  $\lambda$  druhý Townsendův ionizační činitel (-) a  $d$  je

vzdálenost elektrod v modelu deskového kondenzátoru (m).

Sekundární elektrony způsobují proud generovaných elektronů  $I_{GS}$  a stejně velký proud kationtů  $I_{GS+}$ :

$$I_{GS} = I_{GS+} = I_P \delta \alpha k \quad (\text{A}), \quad (3.3)$$

kde  $\delta$  je koeficient emise sekundárních elektronů.

Zpětně odražené elektrony způsobí proud generovaných elektronů  $I_{GZ}$  a stejně velký proud kationtů  $I_{GZ+}$ :

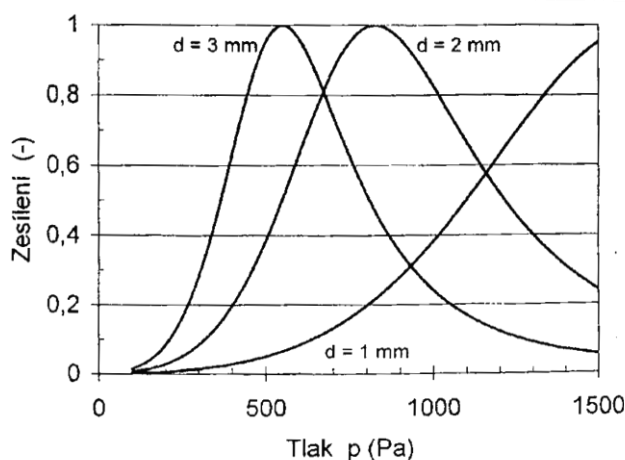
$$I_{GZ} = I_{GZ+} = I_P \eta S_Z p k d'/d \quad (\text{A}), \quad (3.4)$$

kde  $S_Z$  je ionizační účinnost zpětně odražených elektronů ( $\text{m}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$ ),  $\eta$  je koeficient emise zpětně odražených elektronů (-),  $d'$  střední dráha zpětně odražených elektronů v deskovém kondenzátoru (m).

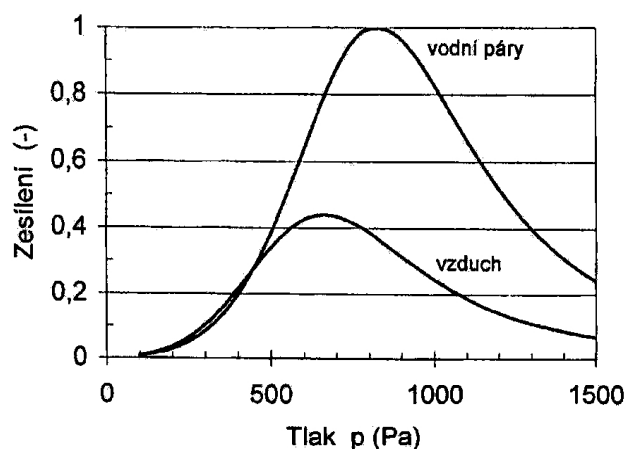
Celkové zesílení ionizačního detektoru se vypočítá jako poměr celkového proudu elektronů detekovaných na ionizačním detektoru ku proudu primárních elektronů. Celkové zesílení vychází řádově 100-1000.

$$Z' = \frac{I_{GP} + I_{GS} + I_{GZ}}{I_P} = p k \left[ S_P + \frac{\delta \alpha}{p} + \eta S_Z \frac{d'}{d} \right] \quad (3.5)$$

Závislost zesílení ionizačního detektoru na tlaku pro různé pracovní vzdálenosti pro vzorek zlata v prostředí vodních par je vidět na obr 3-5. Na obr. 3-6 je vidět závislost zesílení na tlaku pro vzduch a vodní páry. Na obou obrázcích je na ose y vyneseno zesílení v porovnání s maximálním zesílením dosaženým s jedním z porovnávaných případů. [2]

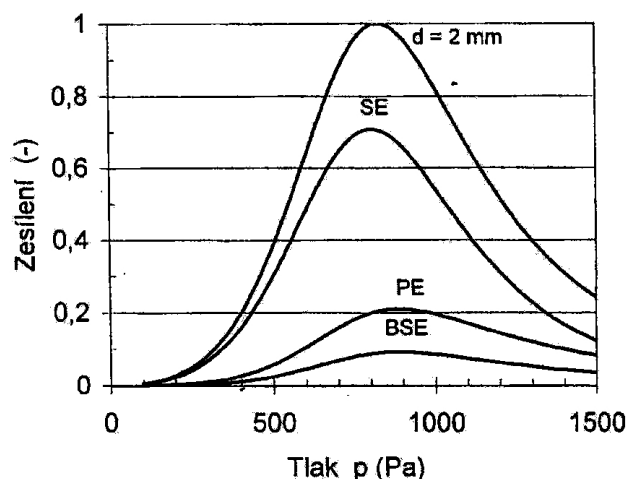


Obr. 3-5 Vypočítané závislosti zesílení na tlaku pro vzdálenosti 1,2 a 3 mm pro vzorek zlata v prostředí vodních par, převzato z [2].



Obr. 3-6 Vypočtené závislosti zesílení na tlaku pro plynné prostředí vzduchu a vodních par pro vzorek zlata a pracovní vzdálenost  $d=2\text{mm}$ , převzato z [2]

Vypočítané příspěvky jednotlivých signálů k celkovému zesílení pro zlato v prostředí vodních par při pracovní vzdálenosti 2mm jsou znázorněny na obr. 3-7.

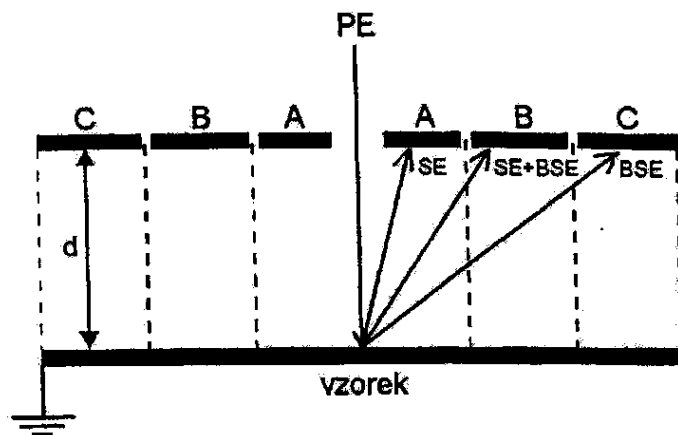


Obr. 3-7 Příspěvky SE, BSE a PE k celkovému zesílení v závislosti na tlaku, převzato z [2]

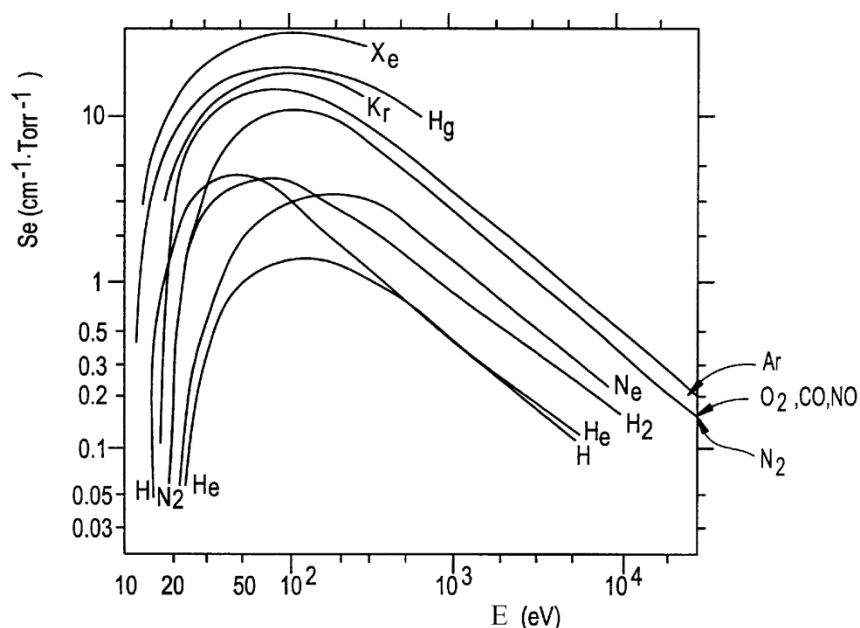
Podíl SE nebo BSE v signálu lze potlačit konstrukčním uspořádáním ionizačního detektoru. Horní elektroda je na potenciálu 100-500 V a dělená na segmenty A, B, C, jak je vidět na obr. 3-8. Efektivita ionizace je vyjádřena počtem ionizovaných párů na jednotkové délce dráhy. Při daném tlaku je nejvyšší pro energie elektronů v rozmezí desítek až stovek eV, jak je vidět na obr. 3-9

Ideální energii pro ionizaci molekul a lavinovité zesílení tedy mají sekundární elektrony urychlené napětím na horní elektrodě. Ty se pohybují nejkratší možnou dráhou k segmentu A horní elektrody a jejich signál se zesiluje. Oproti tomu BSE s energií jen o něco menší než je energie primárních elektronů se musí na své dráze nejdříve zpomalit ve srážkovém procesu s atomy a molekulami plynu a až poté mají energii vhodnou pro optimální vyvolání nárazové ionizace, na elektrodě jsou detekovány až vzdálenějšími segmenty B a C.

U obrazu tvořeného SE převažuje topografický kontrast a u BSE materiálový kontrast. V některých případech je vhodné použití obou signálů, v jiných případech potřebujeme čistě topografický, či materiálový kontrast. Ionizační detektor v segmentovém uspořádání umožňuje použít signály z jednotlivých segmentů odděleně, nebo současně.

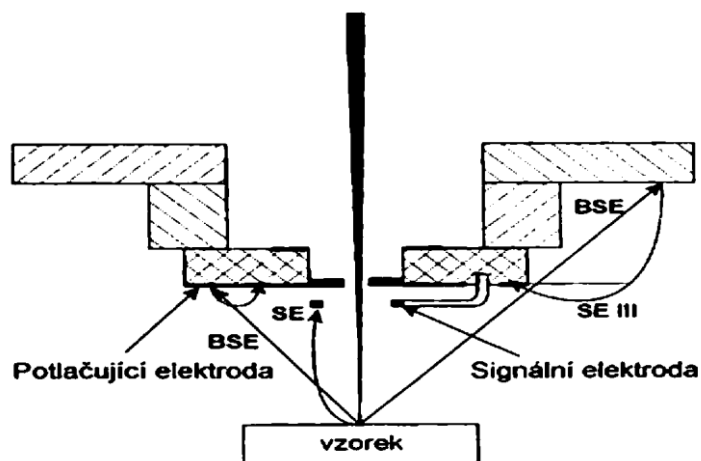


Obr. 3-8 Schematické uspořádání děleného elektrodového systému, převzato z [2]



Obr. 3-9 Ionizační účinnost  $S_e$  jako funkce energie elektronu  $E$  pro různé plyny při tlaku 133,32 Pa a 0°C, převzato z [10]

Podílu BSE v obrazu se nikdy nelze zcela zbavit, protože elektrodový systém je umístěn blízko osy primárních elektronů, v místě kde dopadá nejvyšší počet BSE. Účinný způsob potlačení příspěvku BSE navrhl Knowless. Na obr. 3-10 je vidět uspořádání, při kterém signální elektroda je blíže ke vzorku a sbírá především SE, BSE jsou zachycovány převážně potlačující elektrodou. [2]



Obr. 3-10 Elektrodový systém ionizačního detektoru se sníženým příspěvkem detekce BSE převzato z [2]



## 4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

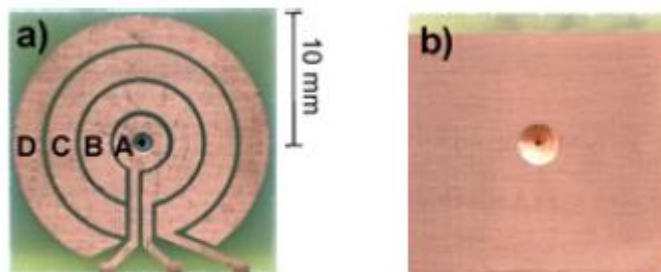
Cílem experimentu bylo stanovit závislost velikosti signálu detekovaného ionizačním detektorem na velikosti plochy detekční elektrody elektrodového systému detektoru a na pracovních podmínkách při pozorování standardního vzorku. Měření bylo uskutečněno v prostředí vodních par v komoře vzorku.

### 4.1 Metoda měření

Měření bylo prováděno na elektronovém mikroskopu Tescan Aquasem v laboratoři environmentální rastrovací elektronové mikroskopie na ÚPT AV ČR se segmentovým ionizačním detektorem v různém zapojení elektrod. V následujících podkapitolách bude důkladně popsáno zapojení detekčních elektrod ionizačního detektoru, použitý vzorek a nastavení mikroskopu při prováděných experimentech.

#### 4.1.1 Elektrodový systém

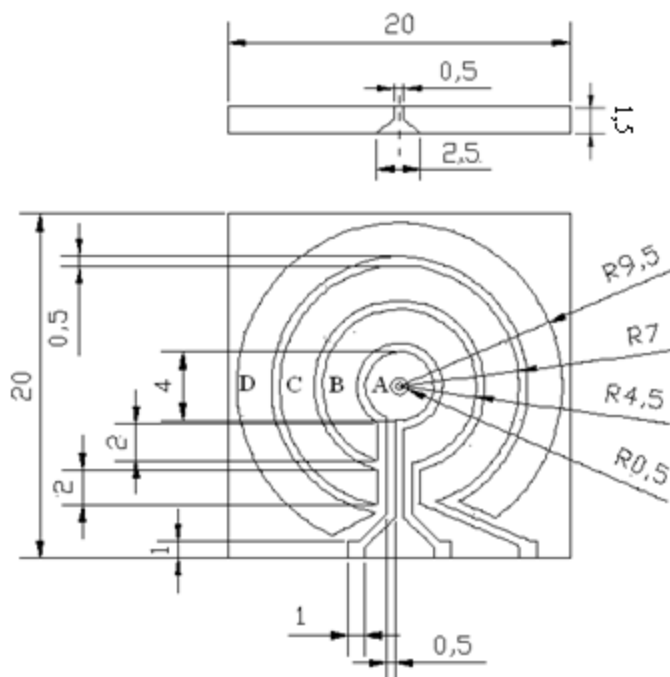
Pohled na elektrodový systém ionizačního detektoru z aktivní strany je vidět na obr. 4-1 a) a ze zadní uzemněné strany na obr. 4-1 b). Výkres detektoru s uvedenými rozměry je na obr. 4-2.



Obr. 4-1 Elektrodový systém ionizačního detektoru

a) čtyřelektrodový systém detektoru s elektrodami A,B,C,D

b) zadní strana detektoru s plátovanou fólií Cu a s prokoveným otvorem pro průchod primárního svazku elektronů. Převzato z [8]



Obr. 4-2 Výkres elektrodového systému ionizačního detektoru, děleného na segmenty A,B,C,D. Převzato z [10]

Součástí praktické části bylo určit vliv velikosti plochy detekční elektrody na velikost signálu. Měření bylo prováděno pro čtyři různé velikosti - propojení detekčních elektrod. Detekční elektrody byly propojeny stříbrnou vodivou pastou a vyvedeny na kontakt ionizačního detektoru. Podobně zbylé elektrody byly propojeny vodivou pastou a vyvedeny na zadní uzemněnou stranu ionizačního detektoru. Měření byla prováděna celkem pro 4 zapojení, jednotlivá zapojení jsou v práci označena I-IV.

Zapojení elektrod I: jako detekující elektroda je zapojen pouze segment A. Segmenty B, C, D jsou propojeny vodivou pastou s uzemněnou zadní stranou detektoru.

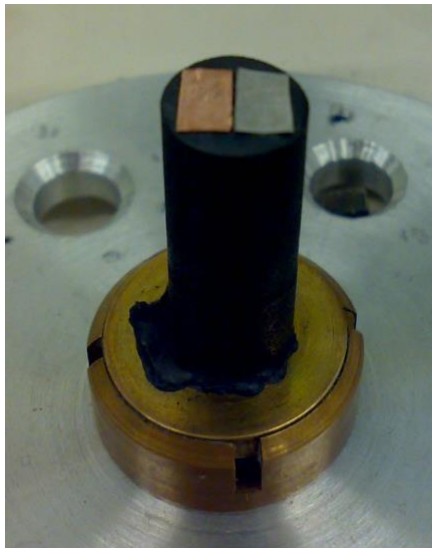
Zapojení elektrod II: jako detekující elektroda jsou zapojeny segmenty A a B. Segmenty C, D jsou propojeny vodivou pastou s uzemněnou zadní stranou detektoru.

Zapojení elektrod III: jako detekující elektroda jsou zapojeny segmenty A, B, C. Segment D je propojen vodivou pastou s uzemněnou zadní stranou detektoru.

Zapojení elektrod IV: jako detekující elektroda jsou zapojeny segmenty A, B, C, D.

### 4.1.2 Standardní vzorek

Vzorkem byl uhlíkový váleček o průměru 10 mm a výšce 25 mm. Uprostřed válečku se nacházel otvor o průměru 1 mm a hloubce 10 mm. Otvor byl z jedné strany částečně překryt fólií mědi a z druhé strany fólií platiny viz obr. 4-3.



Obr. 4-3 Snímek standardního vzorku

Uhlíkový váleček s otvorem sloužil i jako jednoduchá Faradayova klec pro měření a nastavení proudu primárního svazku elektronů  $I_p$ . Pracovní vzdálenost vzorku byla v průběhu experimentů 3 a 4 mm. Pracovní vzdálenost je myšlena vzdálenost mezi rovinou segmentového elektrodového systému ionizačního detektoru a rovinou vzorku s fóliemi Cu a Pt.

### 4.1.3 Nastavení mikroskopu

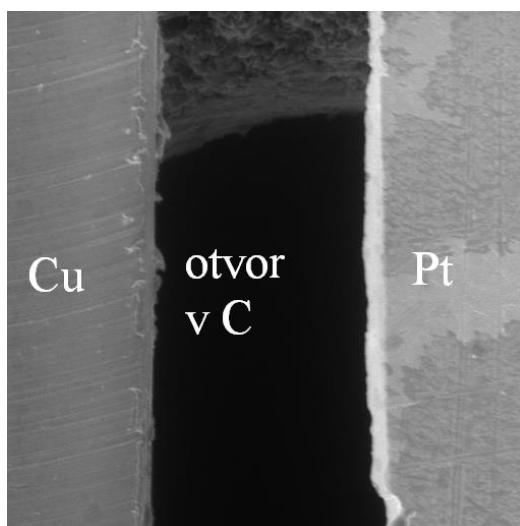
Použité nastavení elektronového mikroskopu bylo následovné: urychlovací napětí primárního svazku elektronů 20 kV, proud primárního svazku 50 pA, zvětšení 650 x. Napětí na elektrodách ionizačního detektoru 350 V. Měření probíhala při zmíněných zapojeních elektrodového systému I - IV pro tlak vodních par v komoře vzorku 200 - 1000 Pa s krokem 100 Pa, pokaždé pro pracovní vzdálenost vzorku od detektoru 3 mm a 4 mm.

Proud primárního svazku byl určován při vyčerpání komory vzorku na tlak 50 Pa, primární svazek elektronů byl zaostřen do středu otvoru v uhlíkovém válečku, zvětšení bylo nastaveno 10 000 x. Vzorek byl uzemněn přes pikoampérmetr, který měřil proud procházející vzorkem. Za předpokladu, že celý proud primárního svazku dopadá do otvoru v uhlíkovém válečku a z otvoru nedochází k emisi signálních elektronů, je proud procházející vzorkem roven proudu primárního svazku elektronů. Proud primárního svazku byl nastaven na požadovanou hodnotu změnou buzení kondenzorových čoček. Nastavení proudu primárního svazku na hodnotu 50 pA bylo prováděno před každým měřením.

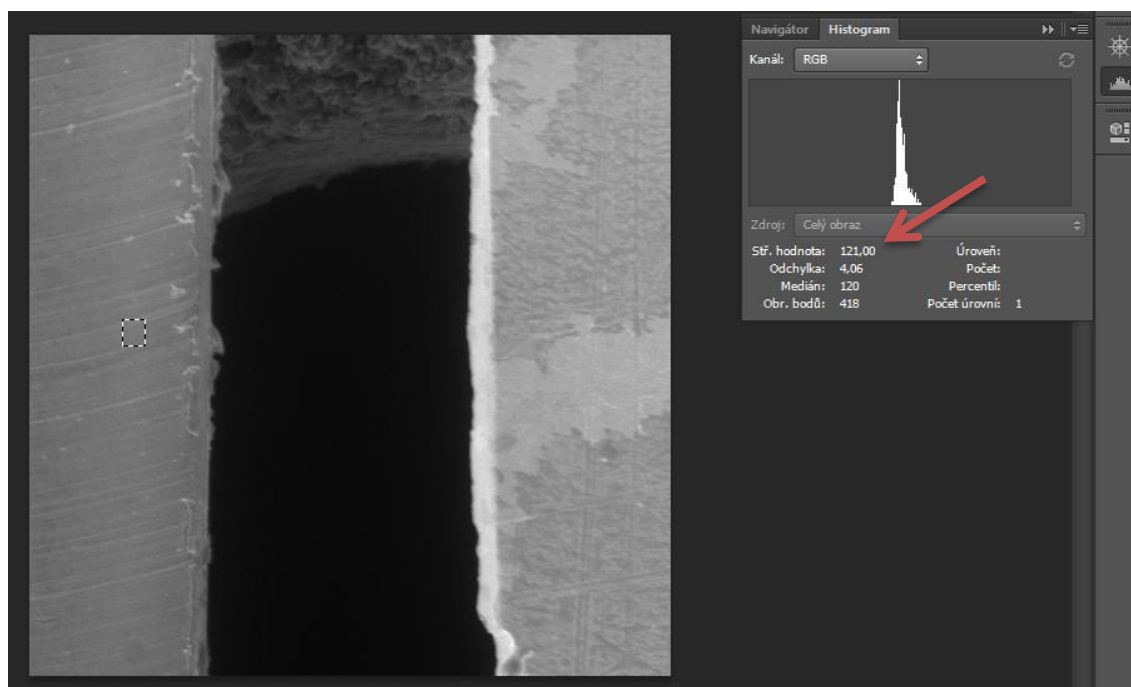
#### 4.1.4 Způsob určení velikosti signálu ze vzorku

Signál byl vyhodnocován ze snímků standardního vzorku ze střední hodnoty úrovně šedi z definovaných míst na fólii mědi a platiny. Tato místa byla na každém snímku stanovena pomocí masek v programu Adobe Photoshop, obraz je standardně vyhodnocován v 256 úrovních šedi.

Snímek standardního vzorku je na obr 4-4. Snímky z programu Adobe Photoshop s definovanými oblastmi a způsobem vyhodnocení střední hodnoty úrovně šedi jsou vidět na obr. 4-5, obr. 4-6 a obr. 4-7.



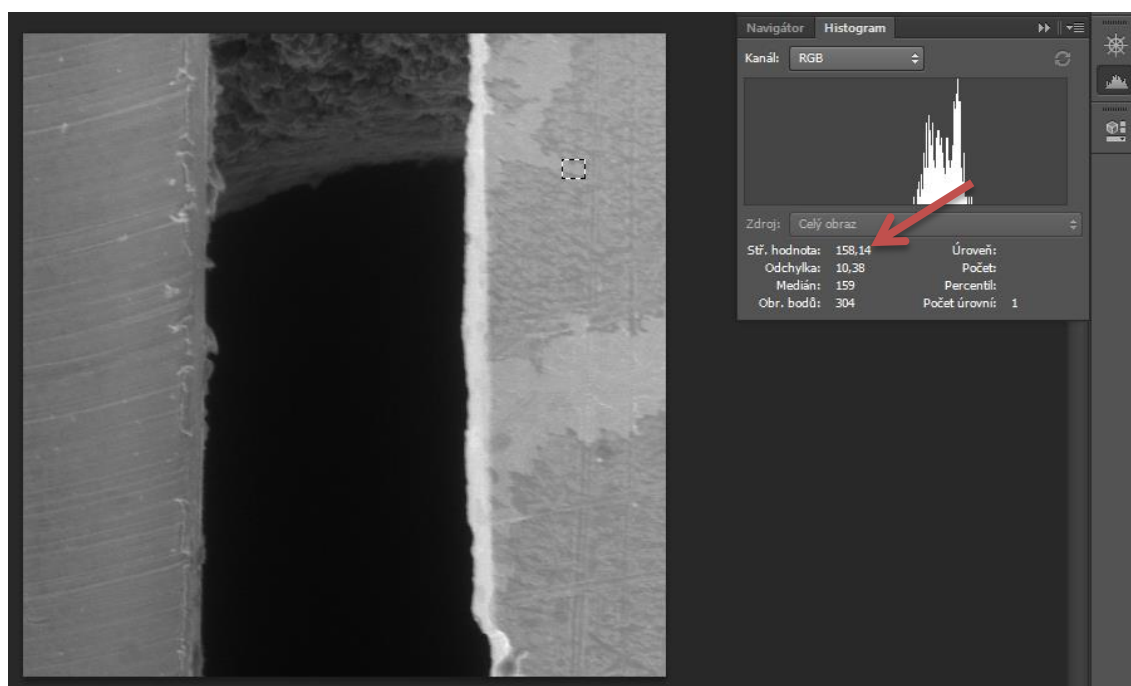
Obr. 4-4 Snímek standardního vzorku, zvětšení 650 x, tlak vodních par 300 Pa, pracovní vzdálenost 4 mm, zapojení elektrod ionizačního detektoru III.



Obr. 4-5 Snímek standardního vzorku se způsobem vyhodnocení střední hodnoty úrovně šedi pomocí programu Adobe Photoshop z definované oblasti na fólii mědi pomocí masky. Zvětšení 650 x, tlak vodních par 300 Pa, pracovní vzdálenost 4 mm, zapojení elektrod ionizačního detektoru III



Obr. 4-6 Snímek standardního vzorku se způsobem vyhodnocení střední hodnoty úrovně šedi pomocí programu Adobe Photoshop z definované oblasti v otvoru v uhlíku pomocí masky. Zvětšení 650 x, tlak vodních par 300 Pa, pracovní vzdálenost 4 mm, zapojení elektrod ionizačního detektoru III



Obr. 4-7 Snímek standardního vzorku se způsobem vyhodnocení střední hodnoty úrovně šedi pomocí programu Adobe Photoshop z definované oblasti na fólii platiny pomocí masky. Zvětšení 650 x, tlak vodních par 300 Pa, pracovní vzdálenost 4 mm, zapojení elektrod ionizačního detektoru III

Střední hodnota úrovně šedi z definovaných míst na fólii Cu a Pt je vzata jako velikost detekovaného signálu z daného materiálu vzorku. Střední hodnota úrovně šedi je závislá na stejnosměrné složce signálu, jasu. Tuto stejnosměrnou složku bylo nutné zjistit a odečíst od naměřené střední hodnoty úrovně šedi z fólie platiny a mědi. Stejnosměrná složka se zjišťovala ze snímku z úrovně šedi v místě otvoru v uhlíku. Předpokládá se, že z otvoru v uhlíku se k detektoru neuvolňuje žádný signál, takže vyhodnocená střední hodnota úrovně šedi z tohoto místa byla brána jako stejnosměrná složka signálu.

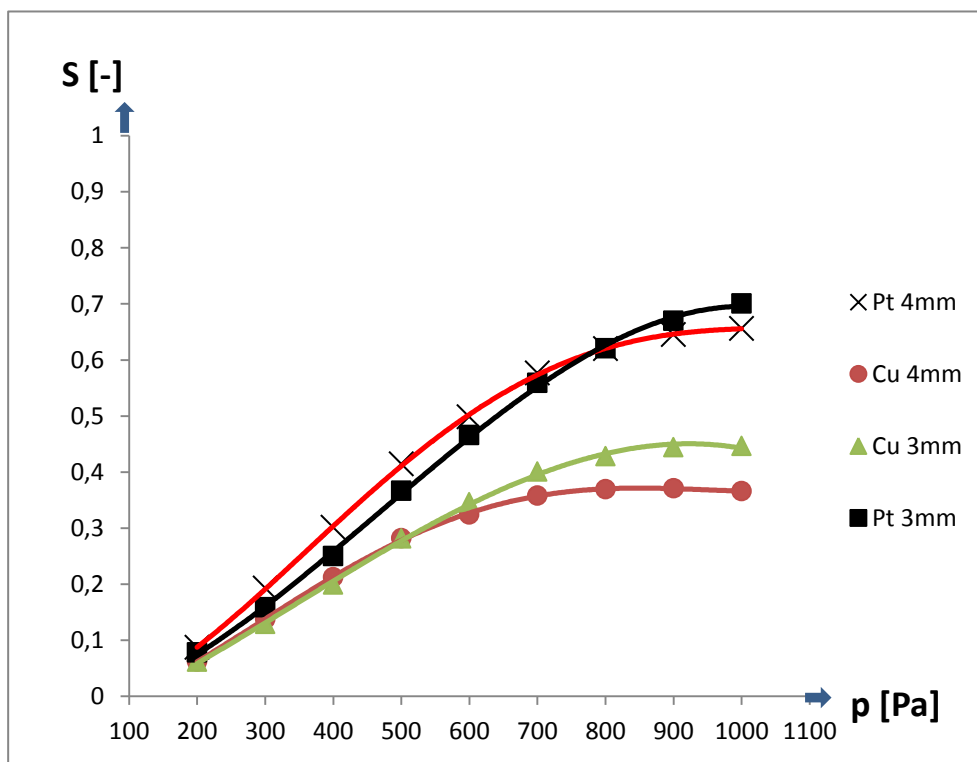
V průběhu experimentu se několikrát stalo, že signál z fólie z platiny byl větší než úroveň 256 šedi a obraz již nemohl být zaznamenán. V takovém případě se stanovila úroveň signálu z měděné fólie (střední hodnota úrovně šedi z měděné fólie mínus střední hodnota úrovně šedi z otvoru v uhlíkovém válečku) v jednom snímku. V druhém snímku stejnosměrná složka obrazu snížila tak, aby bylo možné určit rozdíl středních hodnot úrovně šedi z platiny a z mědi. Tento rozdíl se přičetl k signálu z měděné fólie získanému z prvního snímku. Tím byl získán signál z platiny, který přesáhl 256 úrovní šedi. Při vyhodnocování měření bylo provedeno normování k maximální hodnotě úrovně šedi, která byla 297,4. Tato hodnota je brána jako velikost signálu 1.

## 4.2 Závislosti velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektrodového systému I až IV

Měření probíhala pro zapojení elektrodového systému ionizačního detektoru I až IV. Závislostí na pracovních podmínkách je myšlena závislost na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa a pro pracovní vzdálenosti vzorku 3 a 4 mm. Všechny snímky standardního vzorku, ze kterých byly velikosti signálů stanoveny jsou společně s použitými maskami Adobe Photoshop k dispozici na CD vloženém do bakalářské práce.

### 4.2.1 Závislost velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektrod I

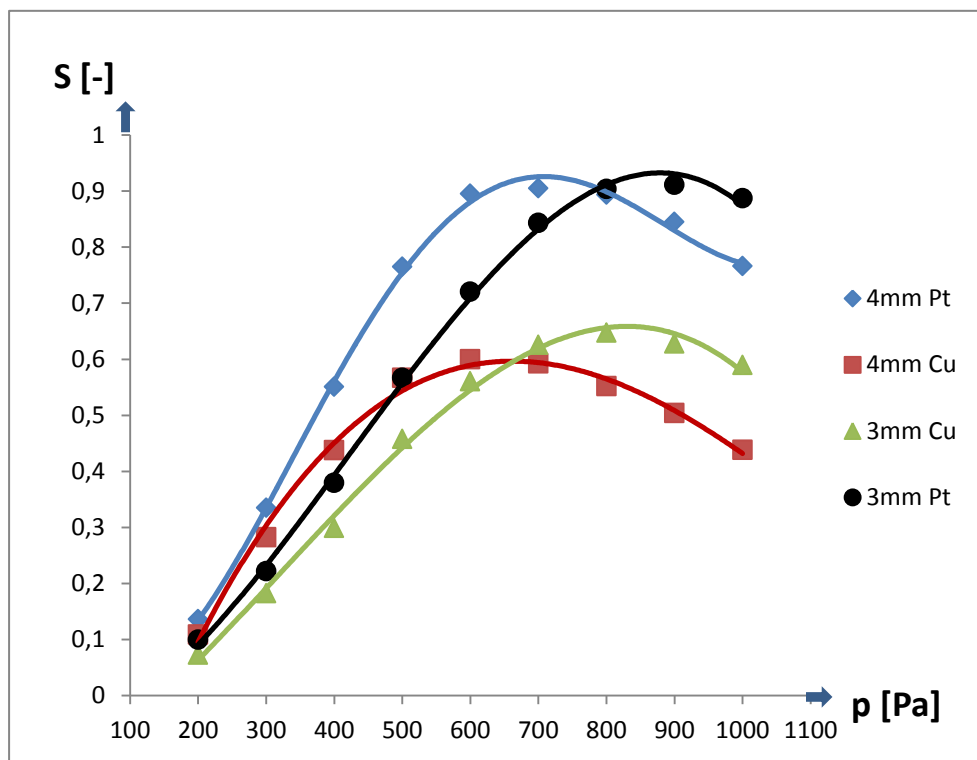
Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, pro pracovní vzdálenost 3 mm a 4 mm, pro zapojení I je vynesena na obr. 4-8.



Obr. 4-8 Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod I. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 a 4 mm, pro Pt a Cu.

#### 4.2.2 Závislost velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektrod II

Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, pro pracovní vzdálenost 3 mm a 4 mm, pro zapojení II je vynesena na obr. 4-9.

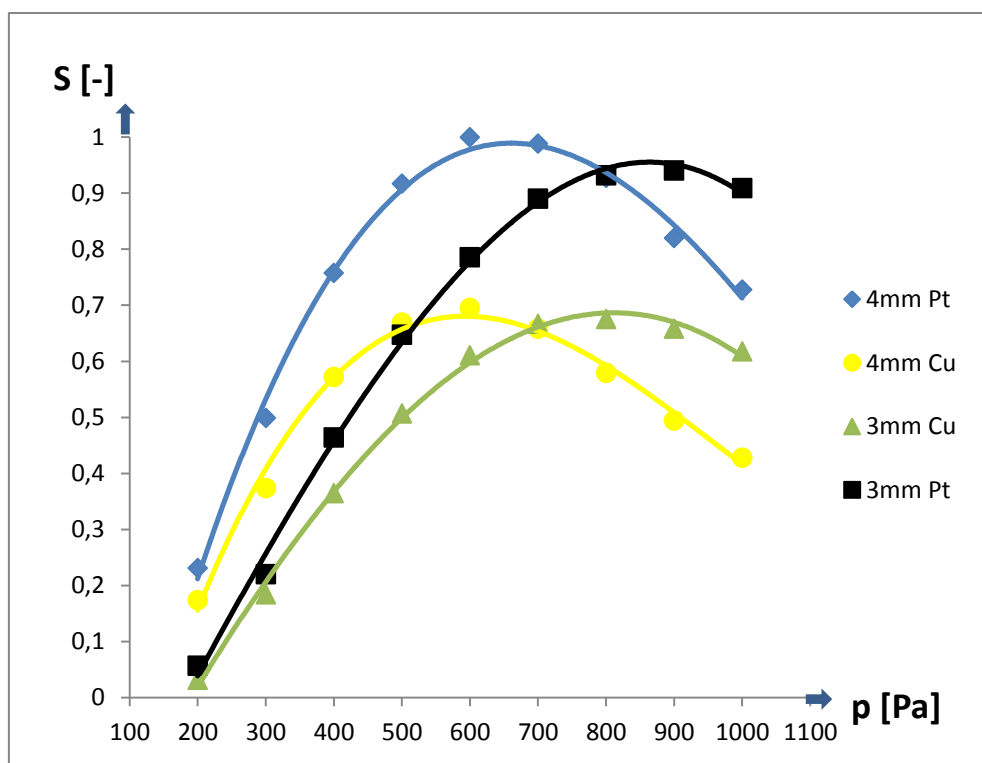


Obr. 4-9 Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod II. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 a 4 mm, pro Pt a Cu.



### 4.2.3 Závislost velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektrod III

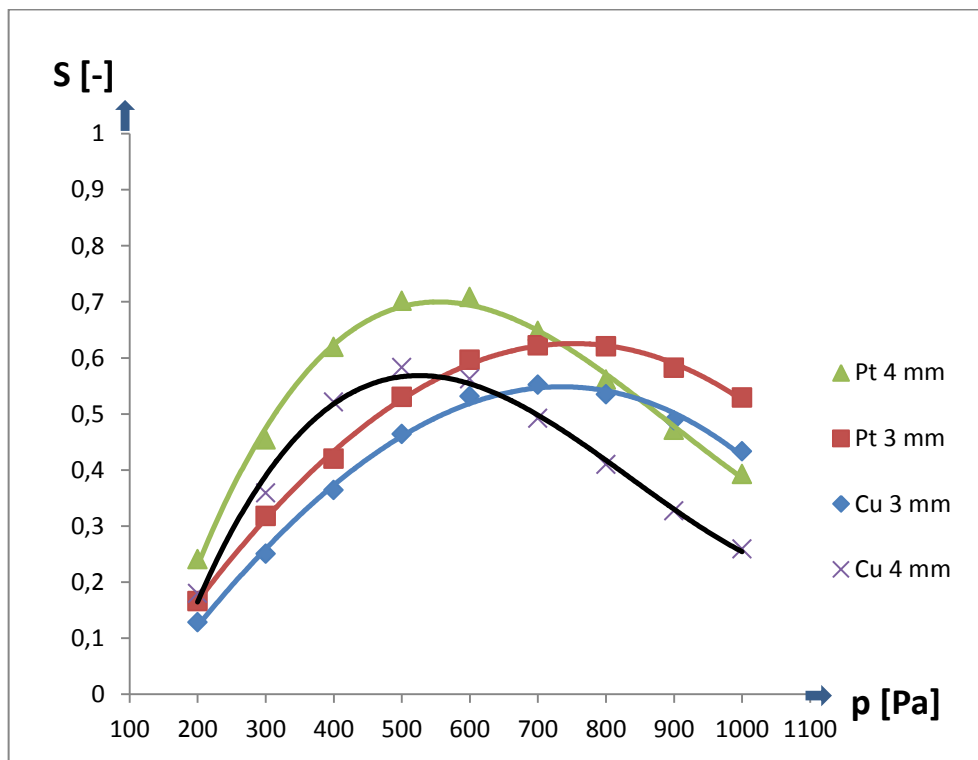
Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, pro pracovní vzdálenost 3 mm a 4 mm, pro zapojení III je vynesena na obr. 4-10.



Obr. 4-10 Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod III. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 a 4 mm, pro Pt a Cu.

#### 4.2.4 Závislost velikosti signálu na pracovních podmínkách pro zapojení elektrod IV

Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, pro pracovní vzdálenost 3 mm a 4 mm, pro zapojení IV je vynesena na obr. 4-11.



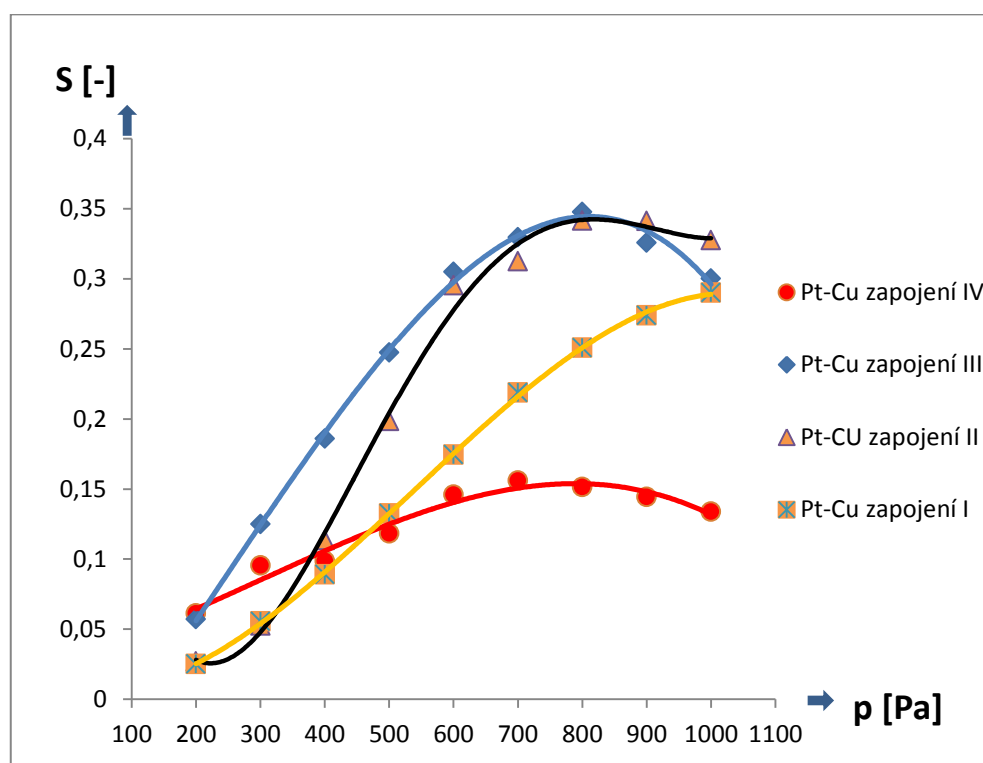
Obr. 4-11 Závislost velikosti signálu ionizačního detektoru na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod IV. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 a 4 mm, pro Pt a Cu.

### 4.3 Závislost rozdílu signálu z Pt a Cu na zapojení detekčních elektrod

Ze změřených závislostí velikosti signálu na tlaku byly stanoveny i závislosti rozdílu signálu z Pt a Cu na tlaku vodních par pro jednotlivá zapojení elektrod ionizačního detektoru I až IV. Předpokládalo se, že rostoucí rozdíl velikosti signálů z obou materiálů, které mají rozdílný koeficient emise zpětně odražených elektronů (při 17,3 kV urychlovacího napětí  $\eta_{\text{Cu}} \sim 0,31$  [5],  $\eta_{\text{Pt}} \sim 0,48$  vypočítané dle 2.5), může signalizovat větší podíl zpětně odražených elektronů v detekovaném signálu ionizačním detektorem.

#### 4.3.1 Závislost rozdílu signálu z Pt a Cu pro pracovní vzdálenost 4 mm

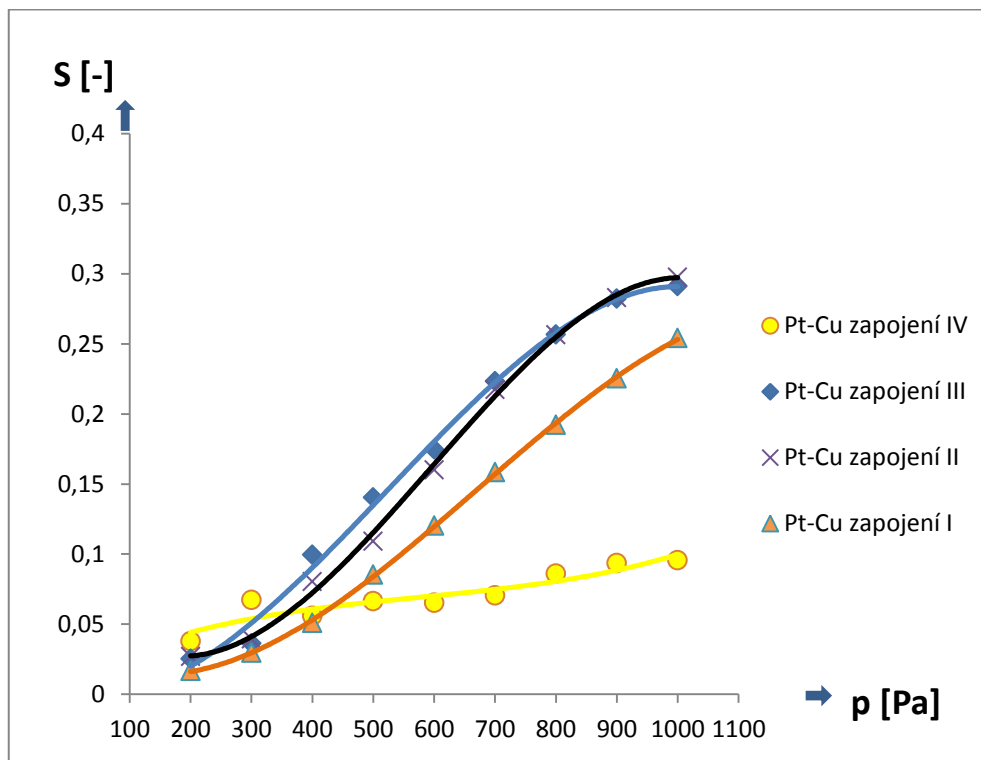
Závislost rozdílu signálu ionizačního detektoru z Pt a Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, pro pracovní vzdálenost 4 mm, pro zapojení I-IV je vynesena na obr. 4-12.



Obr. 4-12 Závislost rozdílu signálu ionizačního detektoru z Pt a Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod I-IV. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 4 mm.

### 4.3.2 Závislost rozdílu signálu z Pt a Cu pro pracovní vzdálenost 3 mm

Závislost rozdílu signálu ionizačního detektoru z Pt a Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, pro pracovní vzdálenost 3 mm, pro zapojení I-IV je vynesena na obr. 4-13.



Obr. 4-13 Závislost rozdílu signálu ionizačního detektoru z Pt a Cu na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa, zapojení elektrod I-IV. Napětí na detektoru 350 V, pracovní vzdálenost 3 mm.

## 4.4 Vyhodnocení provedených experimentů

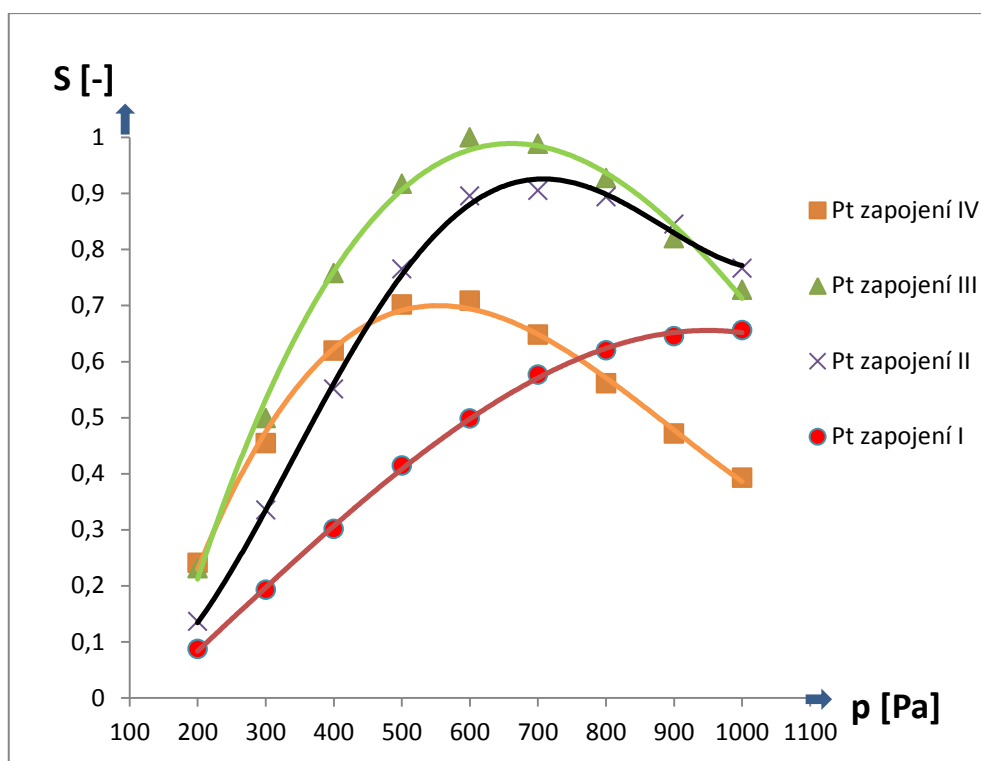
Všechny změřené závislosti vykazují typický nárůst signálu s rostoucím tlakem v oblasti nižších tlaků, signál po dosažení maxima opět klesá. Pouze pro zapojení elektrod I není pokles signálu patrný a projevil by se zřejmě až při vyšších tlacích vodních par nad 1000 Pa. Změřené závislosti jsou charakteristické pro ionizační detektor a odpovídají teorii, kdy v oblasti nižších tlaků se nárůst signálu s tlakem vysvětluje rostoucím počtem ionizačních srážek signálních elektronů s plynným prostředím. Naopak pokles signálu po dosažení maxima souvisí s poklesem energie signálních elektronů v důsledku jejich četných srážek s atomy a molekulami okolního plynného prostředí.

U všech změřených závislostí se též projevilo, že maximum signálu je při menší pracovní vzdálenosti 3 mm při vyšším tlaku než při pracovní vzdálenosti 4 mm. To opět odpovídá teoretickým poznatkům, kdy signál dosahuje maxima vždy při stejné hodnotě součinu tlaku a pracovní vzdálenosti  $p \cdot d$ .

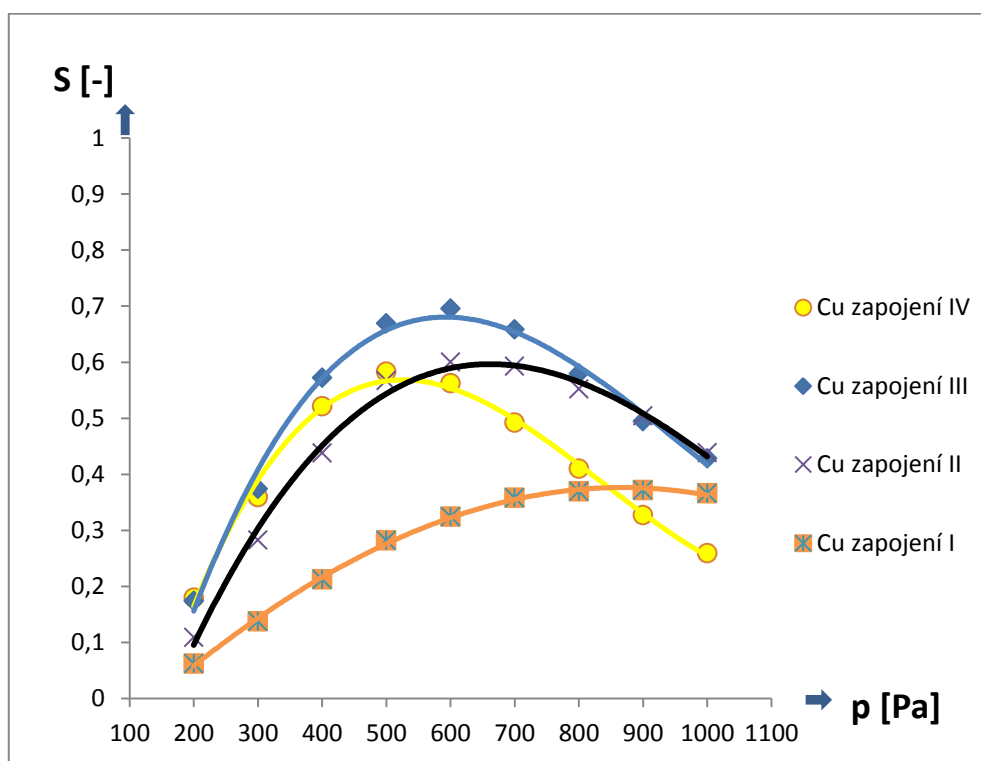
S uvedeným poznatkem koresponduje i posun maxima signálu k vyšším tlakům se zmenšením velikosti elektrodového systému. Menší plocha elektrodového systému přináší i menší střední dráhu signálních elektronů k detektoru a následně i posun maxima signálu k vyššímu tlaku. Tendence posunu maxima signálu k vyšším tlakům pro menší plochu detekčních elektrod je dobře patrná z obr. 4-14 a 4-15.

Provedené experimenty též potvrdily teoretický předpoklad růstu detekovaného signálu s rostoucí plochou detekčních elektrod viz. obr. 4-14 a 4-15. Pouze zapojení detekčních elektrod IV se vymyká. Je to zřejmě způsobeno tím, že na rozdíl od zapojení detekčních elektrod I, II a III není u zapojení IV vnější elektroda uzemněna.

Teoretické poznatky uvádějí, že s rostoucí plochou detekční elektrody ionizačního detektoru dochází k růstu podílu zpětně odražených elektronů v detekovaném signále, což by se mělo projevit i v růstu materiálového kontrastu resp. růstu rozdílu mezi signálem z platinové a měděné fólie. To se projevuje u zapojení elektrod I, II a III viz. obr. 4-12 a 4-13, zapojení IV kdy chybí vnější uzemněná elektroda se opět vymyká předpokladu.



Obr. 4-14 Srovnání závislosti velikosti signálu ionizačního detektoru pro zapojení I, II, III, IV na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa pro Pt, pracovní vzdálenost 4 mm, napětí na detektoru 350 V.



Obr. 4-15 Srovnání závislosti velikosti signálu ionizačního detektoru pro zapojení I, II, III, IV na tlaku vodních par v komoře vzorku mikroskopu v rozmezí 200 až 1000 Pa pro Cu, pracovní vzdálenost 4 mm, napětí na detektoru 350 V.

## 5 ZÁVĚR

V průběhu vypracování práce jsem se seznámil s problematikou environmentální rastrovací elektronové mikroskopie a se signály, které po dopadu svazku primárních elektronů vznikají a jejich detekci.

V experimentální části práce jsem se nejdříve zabýval závislostí velikosti signálu detekovaného ionizačním detektorem na pracovních podmínkách. Pro zapojení elektrod II, III a IV se potvrdila teoretická závislost signálu na tlaku vodních par v komoře vzorku a pracovní vzdálenosti. Pro pracovní vzdálenost 4 mm v zapojení elektrod II, III a IV signál dosahoval maxima při nižším tlaku, než při pracovní vzdálenosti 3 mm. Po dosažení maxima signál v souladu s teorií klesal. Pouze v zapojení elektrod I nebylo dosaženo maxima, maximum by se zřejmě objevilo až při vyšším tlaku vodních par než 1000 Pa v komoře vzorku. Nejspíše byla důvodem nejmenší střední dráha signálních elektronů v zapojení elektrod I, resp. tendence posunu maxima k vyšším tlakům při zmenšování plochy detekční elektrody.

Dále jsem se v experimentální části zabýval vlivem velikosti elektrodového systému ionizačního detektoru na velikost detekovaného signálu. V souladu s teorií se potvrdil růst velikosti detekovaného signálu s rostoucí plochou elektrodového systému ionizačního detektoru v případě, kdy vnější elektroda ionizačního detektoru byla uzemněna. V souladu s očekáváním u těchto zapojení roste i rozdíl signálů získaných z Pt a Cu, což odpovídá nárůstu materiálového kontrastu, způsobeného větším podílem detekce zpětně odražených elektronů s rostoucí plochou elektrodového systému.

Výsledky získané v zapojení, kdy byla detekční plocha elektrodového systému největší (zapojení elektrod IV, avšak chyběla vnější uzemněná elektroda) však uvedeným poznatkům neodpovídají. Opakovaně byla pro toto zapojení změřena nízká úroveň detekovaného signálu a i rozdíl signálů z fólie Pt a Cu byl nejmenší. Doporučuji proto věnovat problematice vlivu stavu zapojení vnější elektrody ionizačního detektoru další pozornost.

# LITERATURA

- [1] HULÍNSKÝ, Václav a JUREK, Karel. Zkoumání látek elektronovým paprskem, Praha, SNTL, 1982, 400 s.
- [2] FRANK, Luděk a KRÁL, Jaroslav. Metody analýzy povrchů: iontové, sondové a speciální metody. Praha: Academia, 2002, 489 s. ISBN 80-200-0594-3.
- [3] WITTKE, H. James, Instrumentation [online]. Northern Arizona University, 2008, [cit. 11.10.2013]. Dostupné na [www: http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe-SEM/Instrumentation.html](http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe-SEM/Instrumentation.html) .
- [4] ECKERTO VÁ, Ludmila a FRANK, Luděk. Metody analýzy povrchů: Elektronová mikroskopie a difrakce. 1. vyd. Praha: Academia, 1996, 379 s. ISBN 80-200-0261-8.
- [5] REIMER, Ludwig. Scanning Elektron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis, Springer, Berlin Heidelberg 1985, ISBN 3540135308
- [6] FRANK, Luděk, JIRÁK, Josef, REK, Antonín a ROZSÍVALOVÁ, Zdenka. Speciální diagnostika, Vysoké učení technické v Brně 2002, 79 s.
- [7] REIZER, Yuri Petrovich. Gas Discharge Physics , Berlin Springer., 1991.
- [8] ČERNOCH, Pavel. Detekce signálu segmentovým ionizačním detektorem v environmentálním SEM. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií 2008, 129 s. Vedoucí disertační práce doc. Ing. Josef Jirá k, CSc.
- [9] ENGEL, Alfred von. Ionized gases, Oxford, Clarendon press, second edition, 1965, 325 s.
- [10] ČERNOCH, David. Ionizační detektor pro EREM. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009, 52 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Josef Jirá k, CSc.



# SEZNAM SYMBOLŮ, VELIČIN A ZKRATEK

ESEM	environmentální rastrovací elektronový mikroskop
SEM	rastrovací elektronový mikroskop
TEM	transmisní elektronový mikroskop
PE	primární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony
SE	sekundární elektrony
$\phi_w$	výstupní práce (eV)
$\beta$	směrová proudová hustota trysky ( $A \cdot cm^{-2} \cdot sr^{-1}$ )
$S_k$	plocha křížště ( $cm^2$ )
$\Omega$	prostorový úhel (sr)
$I_k$	proud svazku primárních elektronů v místě křížště (A)
$I_p$	proud svazku primárních elektronů dopadající na vzorek (A)
$T$	teplota (K)
$p$	tlak (Pa)
$E$	vektor intenzity elektrického pole ( $V \cdot m^{-1}$ )
$B$	vektor magnetické indukce (T)
$Z_c$	zvětšení čočky (-)
$v$	obrazová vzdálenost (cm)
$u$	předmětová vzdálenost (cm)
$e$	energie elektronu (C)
$\alpha_p$	poloviční aperturní úhel ( $^\circ$ )
$d_s$	průměr stopy se zahrnutou sférickou vadou projekční čočky (cm)
$C_s$	koeficient sférické vady (cm)
$d_c$	průměr stopy se zahrnutou chromatickou vadou projekční čočky (cm)
$C_c$	koeficient chromatické vady (cm)
$U_0$	urychlovací napětí (V)
$\Delta U$	zvlnění urychlovacího napětí (V)
$d_d$	průměr stopy se zahrnutou difrakční vadou projekční čočky (cm)
$\lambda$	vlnová délka elektronů (cm)
$d_p$	průměr stopy svazku primárních elektronů dopadajících na vzorek (cm)
$d_e$	efektivní průměr stopy svazku primárních elektronů dopadajících na vzorek se započítanými vadami (cm)
$x$	počet srážek primárních elektronů s plynným prostředím (-)
$m$	průměrný počet srážek primárních elektronů s plynným prostředím (-)
$\sigma_T$	celkový záchytný průřez plynu ( $m^2$ )
$d$	tloušťka vrstvy plynu, kterou primární elektron prochází, též vzdálenost mezi dvěma elektrodami při samostatném výboji a též pracovní vzdálenost (m)
$k$	Boltzmannova konstanta ( $J \cdot K^{-1}$ )
$\nu$	rozptylový úhel pro pružný rozptyl ( $^\circ$ )
$m_e$	hmotnost elektronu (kg)
$v$	rychlost elektronu ( $m \cdot s^{-1}$ )
$o$	náměrná vzdálenost elektronu od jádra (m)
$Z$	atomové číslo jádra (-)
$\eta$	koeficient emise zpětně odražených elektronů (-)
$I_{BSE}$	proud zpětně odražených elektronů (A)
$I_{SE}$	proud sekundárních elektronů (A)

$\delta$	koeficient emise sekundárních elektronů (-)
$\phi$	úhel dopadu primárních elektronů ( $^{\circ}$ )
$I_{GP}$	proud elektronů generovaných průchodem primárního svazku plynem (A)
$I_{GP+}$	proud kationtů generovaných při průchodu primárního svazku plynem (A)
$I_{GS}$	proud elektronů generovaných při průchodu sekundárních elektronů plynem (A)
$I_{GS+}$	proud kationtů generovaných při průchodu sekundárních elektronů plynem (A)
$I_{GZ}$	proud elektronů generovaných při průchodu zpětně odražených elektronů plynem (A)
$I_{GZ+}$	proud kationtů generovaných při průchodu zpětně odražených elektronů plynem (A)
$S_P$	ionizační účinnost primárních elektronů ( $m^{-1} Pa^{-1}$ )
$S_Z$	ionizační účinnost zpětně odražených elektronů ( $m^{-1} Pa^{-1}$ )
$\alpha$	první Townsendův ionizační činitel ( $m^{-1}$ )
$\lambda$	druhý Townsendův ionizační činitel (-)
$Z'$	zesílení ionizačního detektoru (-)
$S$	normovaný signál detekovaný ionizačním detektorem (-)